

TUGAS AKHIR - TL 141584

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE
SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN
SILIKA MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI**

Yohan Ervianto

NRP 02511440000081

Dosen Pembimbing

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

Departemen Teknik Material

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2018



TUGAS AKHIR - TL 141584

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE
SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP
PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41
DARI SEKAM PADI**

Yohan Ervianto

NRP. 02511440000081

DOSEN PEMBIMBING

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T,

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL

**Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

(halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL 141584

EFFECT OF CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE CONCENTRATION AS TEMPLATE ON THE FORMATION OF MESOPORIAL SILICA MCM-41 FROM RICE HUSK

YOHAN ERVIANTO

NRP. 02511440000081

ADVISORS

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Vania Mitha Pratiwi, S.T, M.T.

DEPARTMENT OF MATERIALS ENGINEERING

Faculty of Industrial Technology

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya 2018

(halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE
SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP
PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41
DARI SEKAM PADI**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat

Memperoleh Gelar Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Material Inovatif

Program Studi S-1 Departemen Teknik Material

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

YOHAN ERVIANTO

NRP. 02511440000081

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D(Pembimbing I)

Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.(Pembimbing II)



**ANALISA PENGARUH KONSENTRASI
CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE SEBAGAI
TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA
MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI**

Nama Mahasiswa : Yohan Ervianto
NRP : 02511440 000 081
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D
Co-Pembimbing : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T

Abstrak

Sekam padi adalah limbah pertanian. Silika merupakan komponen inorganik dari sekam padi, dimana dengan melakukan proses ekstraksi dapat dihasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Silika hasil ekstraksi bisa digunakan sebagai prekursor untuk sintesis mesoporous silika sebagai pengganti TEOS. Tujuan dari penelitian ini yaitu mensintesis mesopori silika menggunakan metode sol-gel dengan Variabel konsentrasi CTAB. kemudian dititrasi dengan asam asetat dan selanjutnya dilakukan proses hidrotermal. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, terbentuk material silika dengan struktur kristal amorf. Ukuran partikelnya 243 nm dengan bentuk seperti terumbu karang. Pori-porinya membentuk struktur heksagonal yang merupakan struktur dari MCM-41. Dari pengujian adsorption-desorption isotherms untuk sampel penambahan 2% CTAB luas permukaannya adalah 1291.436 m²/g, volume total porinya adalah 1.601 cc/g, dan ukuran diameter porinya adalah 4.95764 nm.

Kata Kunci: *silika mesopori, sekam padi, sol-gel, konsentrasi, CTAB*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

EFFECT OF CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE CONCENTRATION AS TEMPLATE ON THE FORMATION OF MESOPORIAL SILICA MCM-41 FROM RICE HEAD

Name : Yohan Ervianto
NRP : 02511440 000 081
Department : Materials Engineering
Advisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D
Co-Advisor : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T

Abstract

Rice husk is an agricultural waste that can be used to produce high-purity amorphous silica. To obtain pure silica, first, use acid leaching treatment to the rice husk, followed by heat treatment at 600°C and then by sol-gel method to produce amorphous silica. In this research synthesis of mesoporous silica MCM-41 using sol-gel method with the assisted of Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide-CTAB as template. Sol gel method include acetic acid titration and hydrothermal process in the teflon line-autoclave. X-ray diffraction-XRD showed that mesoporous silica has amorphous liked-crystal structure, hence scanning electron microscope-SEM shown microstructure such as coral reefs and have particle sizes 243 nm. Fourier Transformed Infrared-FTIR explained that Si-O-Si bond groups identified in the sample. Transmission electron microscope-TEM image have proved the porous structure on the silica surface. Pores formed a hexagonal structure which is a typical structure of MCM-41. From the adsorption-desorption isotherms test a sample 2% CTAB show the surface area is 1291,436 m² / g, total volume of the pellet is 1,601 cc / g, and pore diameter is 4.95764 nm.

Keywords: *Rice Husk, Silica Mesoporous, Sol-gel method, CTAB template*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan judul **“ANALISA PENGARUH KONSENTRASI CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI “**.

Tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) di Departemen Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Orang tua dan keluarga penulis;
2. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing Penelitian;
3. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., PhD., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
4. Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T, selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
5. Mbak Yeny Widya Rakhma dan Mbak Is;
6. Slamet Raharjo selaku sahabat selama proses pengerjaan Tugas Akhir;
7. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu penulis dalam hal apapun, baik materi, moral, maupun do'a.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Tugas Akhir ini masih terdapat banyak kekurangan, tetapi besar harapan penulis agar tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 06 Juli 2017

Penulis

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
TIITLE PAGE.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan.....	3
1.5 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Silika.....	5
2.2 Sekam Padi	11
2.3 Aplikasi Mesoporous Material	18
2.4 <i>Mesoporous</i> Silika	22
2.5 Metode Sintesis Mesoporous Material	24
2.6 <i>Surfactant</i>	25
2.7 <i>Hidrothermal</i>	28
2.8 <i>State of The Art</i> (Penelitian Terdahulu).....	31
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN	39
3.1 Diagram Alir.....	39
3.2 Bahan Penelitian.....	43
3.3 Alat-alat Penelitian	43
3.4 Prosedur Penelitian.....	50
3.4.1 Persiapan Bahan	50
3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.....	50
3.4.3 Sintesis Mesoporous Silica Nanoparticle (MSNp).....	51
3.4.4 Pengujian.....	52

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	65
4.1 Hasil Uji XRD	65
4.2 Hasil Uji FTIR	69
4.3 Pengujian Mikroskop Elektron	76
4.4 Hasil Uji Nitrogen Adsorption–desorption Isotherms	84
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	91
5.1 Kesimpulan.....	91
5.2 Saran	91
DAFTAR PUSTAKA	xxi
LAMPIRAN	93
BIODATA PENULIS	xxix

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristalin dari sebuah kristal silika tunggal .	6
Gambar 2.2	Struktur silika (a) kristalin, (b) amorf	8
Gambar 2.3	Susunan tetrahedral SiO ₄ pada silika gel.....	9
Gambar 2.4	Reaksi yang terjadi selama proses solgel Si(OH) ₄	10
Gambar 2.5	Ilustrasi silika didalam sekam padi	12
Gambar 2.6	Perbedaan metode untuk memperoleh silika dari sekam padi.....	13
Gambar 2.7	Foto dan gambar SEM dari padi, beras, sekam padi, abu sekam padi, dan solika nanopartikel.....	14
Gambar 2.8	Produksi amorfus silika dan karbon aktif dari sekam padi.....	15
Gambar 2.9	Sintesis silika berpori dari sekam padi dan silika kerangka berpori.....	16
Gambar 2.10	Aplikasi Biomedis Bahan Mesopori	19
Gambar 2.11	Nitrogen adsorption–desorption isotherms dari beberapa mesopori material: (A)SBA-15, (B) SBA-16, (C) PHTS, (D) MCF	20
Gambar 2.12	Gambar <i>Scanning electron microscopy</i> menunjukan morfologi dari <i>mesoporous particles</i> : (A) <i>chain-like</i> (SBA-15), (B) <i>almost spherical</i> (MCF), (C) <i>ideally spherical</i> (SBA-16), (D) <i>irregular</i> (SBA-16)	21
Gambar 2.13	Gambar transmission electron micrographs (TEM) dari mesoporous materials: (A) SBA-15, (B)SBA-16, (C) PHTS, (D) MCF.	23
Gambar 2.14	Skema proses sintesis mesoporous MCM-41	25
Gambar 2.15	Diagram fasa surfaktan, NaOH, dan TEOS	27
Gambar 2.16	Perilaku tekanan-temperatur autoclave yang terisi sejumlah air	28
Gambar 2.17	Grafik peningkatan densitas air dalam <i>autoclave</i> terhadap temperatur.....	29
Gambar 2.18	Perbandingan presentase isi terhadap temperatur 30	

Gambar 2.19 (a). Isoterm adsorpsi dan desorpsi nitrogen pada MCM-41 dan (b). Distribusi ukuran pori (ADS) MCM-41	31
Gambar 2.20 Grafik isoterm adsorpsi nitrogen dan distribusi ukuran pori terkait (a) MCM-41 dan (b) SBA-16. 32	
Gambar 2.21 Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.%... 34	
Gambar 2.22 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, dan (C) CTABr 1,25 wt.% dengan perbesaran 20000x dan 80000x	35
Gambar 2.23 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) CTABr 1,5 wt.%, (B) CTABr 1,75 wt.%, dan (C) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x	36
Gambar 2.24 Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C	37
Gambar 2.25 Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 130°C, (B) 145°C	38
Gambar 3.1 Diagram alir proses ekstraksi silika	40
Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan <i>mesoporous silica nanoparticel</i> (MSNp)	42
Gambar 3.3 Timbangan digital	43
Gambar 3.4 Spatula	44
Gambar 3.5 <i>Crucible</i> ukuran 50 mL	44
Gambar 3.6 <i>Muffle furnace</i>	45
Gambar 3.7 Kertas saring	45
Gambar 3.8 Gelas ukur	46
Gambar 3.9 <i>Beaker glass</i>	46
Gambar 3.10 Erlenmeyer	47
Gambar 3.11 Kertas pH	47

Gambar 3.12	<i>Buchner funnel</i> hasil modifikasi penulis.....	48
Gambar 3.13	Kompresor (pompa penghisap)	48
Gambar 3.14	<i>Autoclave</i>	49
Gambar 3.15	<i>Hot plate and magnetic stirrer</i>	49
Gambar 3.16	<i>Centrifuge</i>	50
Gambar 3.17	Alat uji XRD PANalytical	52
Gambar 3.18	Skema Alat Uji XRD	53
Gambar 3.19	Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50	55
Gambar 3.20	Skema Alat Uji SEM	56
Gambar 3.21	Alat Uji FTIR.....	57
Gambar 3.22	Skema Alat Uji FTIR	58
Gambar 3.23	Alat uji TEM JEOL JM 1400	58
Gambar 3.24	Skema Alat Uji TEM	60
Gambar 3.25	Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)	61
Gambar 3.26	Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC	62
Gambar 4.1	Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi, (B) sekam padi yang di leaching, (C) RHA, dan (D) silika hasil ekstraksi	65
Gambar 4.2	Difraktogram dari sampel (A) 1%CTAB, (B) 1.25% CTAB, (C) 1.5 % CTAB, (D) 1.75% CTAB, (E) 2% CTAB.....	68
Gambar 4.3	Spektrum FTIR sampel (A) Sekam padi, (B) sekam padi yang di <i>leaching</i> , (C) RHA, dan (D) silika hasil ekstraksi	70
Gambar 4.4	Spektrum FTIR sampel (A) CTAB 1%, (B) CTAB	73
Gambar 4.5	Spektrum FTIR sampel (A) 1%CTAB, (B) 1.25% CTAB, (C) 1.5 % CTAB, (D) 1.75% CTAB, (E) 2% CTAB.....	75
Gambar 4.6	Hasil uji SEM dari(A) sekam padi, (B) sekam padi yang di leaching, perbesan 100x	76
Gambar 4.7	Hasil uji SEM dari (A) RHA, dan (B) silika hasil ekstraksi perbesaran 100x dan 1000x.....	77

Gambar 4.8 Hasil uji SEM dari (A) Silika tanpa penambahan CTAB, (B) CTAB 1%, (C) CTAB 1.25%, dan (D) CTAB 1.5%, (E) CTAB 1.75%, dan (F) CTAB 2% perbesaran 20000x.....	79
Gambar 4.9 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap ukuran partikel mesopori silika	81
Gambar 4.10 Hasil uji TEM dari (A) CTAB 1%, (B) CTAB 1.25%.....	82
Gambar 4.11 Gambar bentuk heksagonal susunan pori (A) CTAB 1%, (B) CTAB 1.25%.....	84
Gambar 4.12 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap luar permukaan mesopori silika.....	85
Gambar 4.13 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap ukuran diameter pori rata-rata	86
Gambar 4.14 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap total volume pori mesopori silika	87
Gambar 4.15 Kurva nitrogen adsorption–desorption isotherms pada sampel SiO ₂ dengan penambahan (A) 1%, (B) 1.25%, (C) 1.5%, (D) 1.75%, dan (E) 2% CTAB	87
Gambar 4.16 Kurva persebaran ukuran pori (BJH adsorption) pada sampel A. 1%, B. 1.25%, C. 1.5%, D. 1.75%, dan E. 2% CTAB	89

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Bentuk kristal silika yang umum	6
Tabel 2.2	Kandungan unsur silika hasil ekstraksi sekam padi....	17
Tabel 2.3	Parameter fisik isoterm nitrogen dari MCM-41	12
Tabel 4.1	Komposisi unsur hasil pengujian EDX dari sekam padi sekam padi yang dileaching dan RHA	67
Tabel 4.2	Tabel gugus fungsi pada sampel sekam padi, leaching, RHA, dan silika ekstraksi	72
Tabel 4.3	Tabel gugus fungsi pada sampel CTAB 1% dan CTAB	74
Tabel 4.5	Data luas permukaan, ukuran pori rata-rata, dan total volume pori dari sampel silika dengan penambahan 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% CTAB	84

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia memiliki lahan pertanian seluas 12,84 juta hektar yang menghasilkan padi sebanyak 65,75 juta ton. Limbah sekam padi yang dihasilkan sebanyak 8,2 sampai 10,9 ton. Potensi limbah yang besar ini hanya sedikit yang dimanfaatkan. Secara tradisional, sekam padi biasanya hanya digunakan sebagai bahan bakar konvensional (Danarto, dkk., 2010). Sisa dari pembakaran sekam padi berupa abu sekam padi yang memiliki kandungan silika sebesar 86,9-97,3% (Widiastuti, dkk., 2013). Dalam penelitian (Bakar, dkk., 2016) sekam padi dengan memberikan perlakuan asam dan pembakaran dalam kondisi terkendali dapat memproduksi abu sekam padi dengan kandungan silika murni yang tinggi. Pengotor logam seperti besi (Fe), mangan (Mn), kalsium (Ca), natrium (Na), kalium (K) dan magnesium (Mg) yang mempengaruhi kemurnian dan warna silika.

Silika pada umumnya digunakan didalam industri kaca dan gelas sebagai bahan utama. Seiring dengan perkembangan zaman silika mulai direkayasa menjadi mesopori silika untuk berbagai aplikasi dalam bidang biosensor, *drug delivery* dan bidang lainnya yang membutuhkan luas permukaan material yang tinggi serta berpori-pori. Mesopori silika dapat disintesis dengan memodifikasi proses Stöber dengan tambahan surfaktan (misalnya, setil trimetil amonium bromida [CTAB]) (Cai, dkk., 1999). Pembentuk micelles bertindak sebagai kerangka dasar untuk pertumbuhan silika berbasis TEOS. Setelah penghilangan surfaktan akan menyisakan pori-pori pada material. Dalam penelitian (Jambhrunkar, dkk., 2013) dengan penambahan konsentrasi TEOS mampu menghasilkan mesopori silika yang memiliki luas permukaan tinggi dan ukuran partikel yang terkontrol. Seiring bertambahnya



jumlah TEOS yang digunakan untuk menghasilkan mesopori silika maka biaya produksinya juga akan semakin meningkat. Mengingat TEOS bukan sumber komersial silika terbaik karena biaya tinggi, mudah terbakar, dan kesulitan dalam penanganan dan penyimpanan. Karena itu, dengan menggunakan silika hasil ekstraksi sekam padi pengganti TEOS dapat menurunkan biaya produksi dan meningkatkan nilai jual dari sekam padi.

Beberapa penelitian terdahulu seperti yang dilaporkan oleh Siburian (2015) melakukan sintesis dan karakterisasi mesopori silika dari sekam padi dengan metode kalsinasi dengan variasi suhu 800°C, 850°C dan 900°C. Hasil adsorpsi desorpsi nitrogen isotherm silika memperlihatkan adsorpsi isotherm Tipe IV yang merupakan karakteristik material mesopori dan diperoleh distribusi ukuran pori antara 5 sampai 17 nm serta volume dan luas permukaan silika berdasarkan perhitungan BJH masing-masing 243,165 m²/g. Dalam penelitian ini dalam proses pembentukan mesopori silika masih belum menggunakan template sehingga luas permukaan yang diperoleh masih belum optimal. Dan penggunaan temperatur kalsinasi yang terlalu tinggi dapat menurunkan luas permukaan mesopori silika. Sedangkan pada penelitian Nurhayati, dkk (2017) proses sintesis mesopori silika dari sekam padi dengan menggunakan CTAB sebagai template dan dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 4 jam, menunjukkan bahwa dengan meningkatnya konsentrasi maka ukuran partikelnya semakin besar. Ukuran pori dari silika yang diperoleh adalah 2-50 nm. Tetapi dalam penelitian ini masih belum dapat menjelaskan pengaruh penambahan CTAB terhadap luas permukaan mesopori silika yang dihasilkan dari sekam padi.

Sehingga pada penelitian kali ini, dilakukan sintesis mesopori silika dengan menggunakan precursor amorfus silika hasil ekstraksi sekam padi dan surfactant *cetyltrimethyl ammonium bromide* (CTAB). Variabel penelitian ini adalah penambahan konsentrasi CTAB sebagai template untuk memperoleh mesopori silika.



1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang diatas, dapat diambil beberapa rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi CTAB terhadap pembentukan mesopori silika MCM-41?
2. Bagaimana karakteristik mesopori silika MCM41 hasil sintesis dengan menggunakan silika ekstraksi sekam padi sebagai *precursor*?

1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis permasalahan dalam penelitian ini, terdapat Batasan masalah sebagai berikut:

1. Kualitas sekam padi dianggap sama.
2. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh.
3. Fluktuasi panas dalam furnace dianggap konstan.
4. Temperatur ruang dianggap konstan 27°C.
5. Tekanan dan kelembapan dianggap tetap.

1.4 Tujuan

Dari rumusan masalah yang ada maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh penambahan konsentrasi CTAB terhadap pembentukan mesopori silika MCM-41.
2. Menganalisis karakteristik mesopori silika MCM-41 hasil sintesis dengan menggunakan silika ekstraksi sekam padi sebagai *precursor*.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang nano material yakni *drug delivery*, *bio sensor*, katalis, dan aplikasi lainnya.



(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika

Silikon dioksida atau silika adalah salah satu senyawa kimia yang paling umum. Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Silikon selalu terikat secara tetrahedral kepada empat atom oksigen, namun ikatan-ikatannya mempunyai sifat yang cukup ionik. Dalam kristobalit, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan dengan atom-atom oksigen berada di tengah dari setiap pasangan. Dalam kuarsa terdapat heliks sehingga terbentuk kristal enansiomorf. Kuarsa dan kristobalit dapat saling berubah apabila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifannya tinggi. Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25°C atau pada suhu yang lebih tinggi, tetapi dapat bereaksi oleh F_2 , larutan HF , hidroksida alkali dan leburan-leburan karbonat (Retnosari, 2013).

2.1.1 Silika Kristalin

Silika kristalin memiliki banyak bentuk, bergantung dari orientasi dan posisi dari tetrahedron yang dibentuk meskipun memiliki struktur kimia yang sama. Fenomena ini dapat disebut sebagai polymorphism. Tiga bentuk umum silika kristalin adalah kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Pada tekanan atmosferik silika kuarsa terbentuk pada temperatur 870°C , tridimit terbentuk pada temperatur $870\text{--}1470^\circ\text{C}$, sementara kristobalit terbentuk pada 1470°C . Bentuk kristalin lainnya merupakan bentuk yang jarang dapat ditemui, contohnya adalah keatite, coesite, stishovite, and moganite. Struktur dari silika bergantung pada temperatur dan tekanan terbentuknya atau pada kasus tertentu kecepatan pendinginan sehingga padatan silika membentuk struktur yang

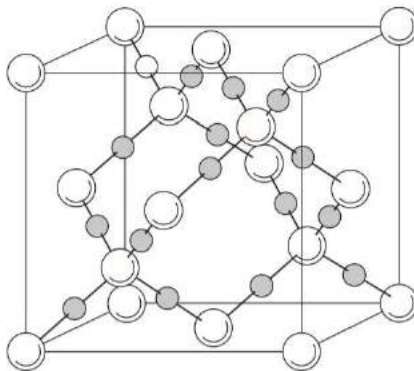


berbeda. Dalam tabel 2.1 diberikan data tentang bentuk silika yang umum yang ada di alam.

Tabel 2.1 Bentuk kristal silika yang umum (Smallman & Ngan, 2007)

Bentuk kristal	<i>Range of stability</i> (°C)	Modifikasi	Densitas (kg/m ³)
Cristobalite	1470–1723 (m.p.)	β (cubic) α (tetragonal)	2210 2330
Tridymite	870–1470	γ (?) β (hexagonal) α (orthorhombic)	– 2300 2270
Quartz	<870	β (hexagonal) α (trigonal)	2600 2650

Struktur sederhana dari silika kristalin dapat dilihat pada Gambar 2.1. Si adalah kristal berbentuk diamond yang terdiri dari empat atom yang diposisikan pada sudut bangun tetrahedron, yang berikatan secara kovalen dengan Si yang berada di pusat (Jones, 2000).



Gambar 2.1 Struktur kristalin dari sebuah kristal silika tunggal (Smallman & Ngan, 2007)



2.1.2 Silika Amorf

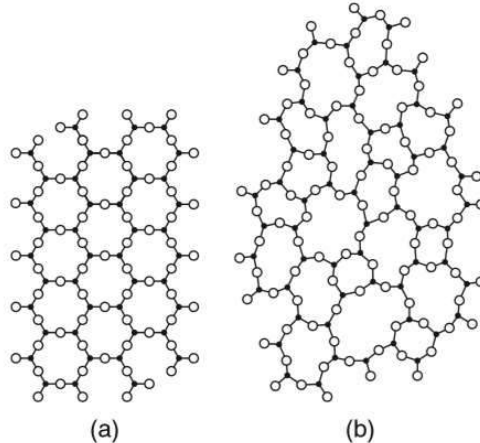
Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Hal ini bisa dibandingkan dengan bentuk molekul silika kristalin pada gambar 2.2. Baik silika kristalin maupun non kristalin banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batu-batuan, dan pasir. Kedua bentuk silika ini banyak dimanfaatkan dalam industri kaca, bangunan, dan elektronik. Akan tetapi karena silika kristalin bersifat karsinogenik bagi manusia maka penggunaannya sangat dibatasi. Oleh karena itu silika non kristalin lebih aman dan banyak digunakan dalam industri.

Silika amorf biasanya terdapat dalam makhluk hidup seperti diatom, radiolarian, silicoflagellata, dan beberapa sponges. Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorf memiliki struktur sferikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas $3 \text{ m}^2/\text{g}$. Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C . Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk & Othmer, 1984).

Silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksi dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorf sintetis diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang. Walaupun deposit dari silika amorf alami dapat ditemukan di banyak wilayah di dunia, akan tetapi eksploitasi komersial yang paling banyak digunakan untuk perindustrian adalah tanah diatom. Tanah diatom adalah sisa-sisa



cangkang dari ganggang diatom yang telah mati dan hancur membentuk tanah. Tanah diatom dapat dimanfaatkan sebagai bahan peledak, campuran semen, bahan isolasi, dan lain-lain (Kirk & Othmer, 1984).



Gambar 2.2 Struktur silika (a) kristalin, (b) amorf (Smallman & Ngan, 2007)

Silika amorf telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Tidak seperti silika kristalin, silika amorf tidak menyebabkan silikosis bahkan bagi para pekerja yang telah terpapar lama oleh silika amorf. Akan tetapi silika amorf yang terhirup selama 12 hingga 18 bulan dengan kadar 6,9-9,9 mg/m³ dapat menyebabkan gangguan pada alat pernapasan (Kirk & Othmer, 1984).

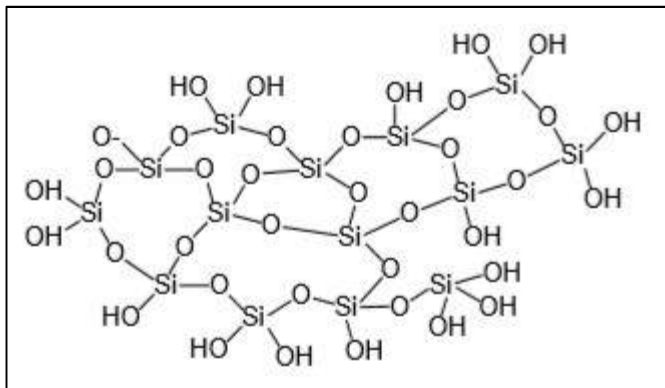
2.1.3 Silika Gel

Silika gel merupakan silika amorf yang terdiri atas globula – globula SiO₄ tetrahedral yang tersusun secara tidak teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar. Rumus kimia silika gel secara umum adalah SiO₂.xH₂O. Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation Si⁴⁺ yang



terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} . Namun demikian, susunan tetrahedral SiO_4 pada silika gel tidak beraturan seperti pada Gambar 2.3.

Silika gel dapat disintesis melalui proses sol-gel dengan melakukan kondensasi larutan natrium silikat dalam suasana asam. Silika gel termodifikasi material anorganik dan juga gugus fungsional organik, dewasa ini telah menjadi subyek penelitian yang menarik dengan berbagai kemungkinan aplikasinya. Kegunaan dari material sangat tergantung pada sifat permukaannya. Silika gel merupakan substrat yang menarik untuk organosilanisasi sebab permukaannya yang didominasi gugus hidroksil dapat bereaksi cepat dengan agen organosilan. (Cestari, Vieira, Simoni, & Airolidi, 2000).

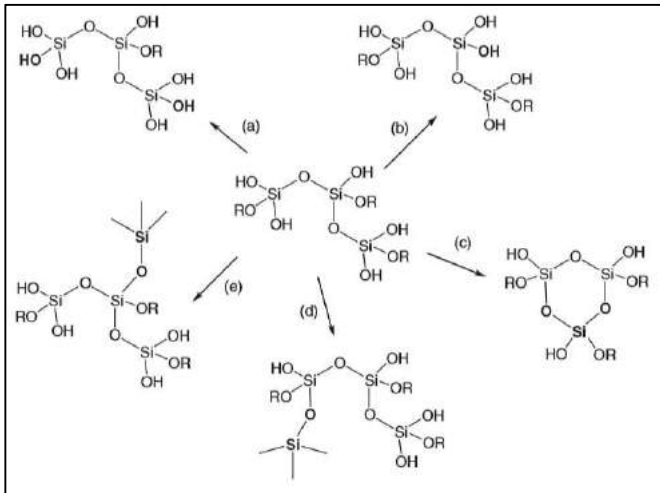


Gambar 2.3 Susunan tetrahedral SiO_4 pada silika gel (Sulastri & Kristianingrum, 2010)

Pada proses reaksi pembentukan gel atau lebih dikenal dengan proses solgel terjadi akibat penyerangan nukleofilik atom Si oleh ion OH^- atau gugus $-Si-O-$ (gambar 2.4). Ion OH^- atau gugus $-Si-O-$ terbentuk oleh disosiasi H^+ dari molekul air atau gugus $Si-OH$. Penambahan asam klorida ke dalam prekursor menyebabkan terjadinya protonasi gugus siloksi ($Si-O-$) menjadi silanol ($Si-OH$). Penambahan asam menyebabkan semakin tinggi



konsentrasi proton (H^+) dalam larutan natrium silikat dan sebagian gugus siloksi ($Si-O-$) akan membentuk gugus silanol ($Si-OH$). Gugus silanol yang terbentuk kemudian diserang lanjut oleh gugus siloksi ($Si-O-$) dengan bantuan katalis asam untuk membentuk ikatan siloksan ($Si-O-Si$). Lihat gambar 2.4



Gambar 2.4 Reaksi yang terjadi selama proses solgel $Si(OH)_4$ (Levy & Zayat, 2015)

Menurut El Shafei (2000), ada beberapa jenis gugus silanol, yaitu gugus silanol tunggal terisolasi, gugus silanol yang berdekatan satu sama lain dan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si. Gugus silanol yang berdekatan satu sama lain disebut vicinal silanol atau vicinol, sedangkan dua gugus silanol yang terikat pada satu atom Si disebut geminal silanol atau geminol. Berdasarkan data kristalografi, jarak antar gugus silanol terisolasi adalah sekitar 5 Å. Jika jarak antara dua gugus silanol tersebut lebih dari 3,1 Å, maka tidak dapat terjadi ikatan hidrogen. Adanya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus silanol satu dengan yang lain akan terjadi jika jaraknya kurang dari 3,1 Å (antara 2,4 – 2,8 Å). Vicinol adalah dua gugus silanol dengan jarak kurang dari 2,8



A. Berdasarkan pada beberapa data ini, dapat diperkirakan bahwa pada proses modifikasi terhadap silika gel yang sudah jadi, kapasitas *modifier* akan dipengaruhi oleh banyaknya gugus silanol. Silika gel juga dipengaruhi oleh banyaknya gugus siloksan yang aktif, yang juga akan mengalami interaksi *chemisorpsi* dengan air menghasilkan gugus silanol. Adanya gugus silanol pada permukaan akan interaksi dengan molekul air. Akibatnya air akan mengadakan deaktivasi pada permukaan silika gel, sehingga pada proses pemisahan menjadi lemah karena daya retensinya menurun (Sulastri & Kristianingrum, 2010). Dalam rangka memperbaiki sifat dan untuk perluasan pemanfaatan, maka perlu dilakukan proses modifikasi.

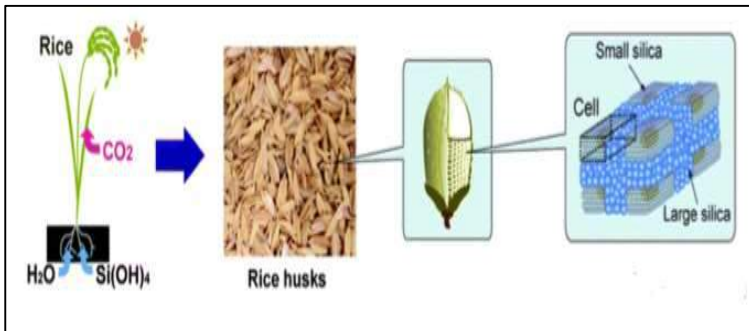
2.2 Sekam Padi

Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi *kariopsis* yang terdiri dari dua bentuk daun yaitu sekam kelopak dan sekam mahkota, dimana pada proses penggilingan padi, sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Sekam tersusun dari jaringan serat-serat selulosa yang mengandung banyak silika dalam bentuk serabut-serabut yang sangat keras lihat Gambar 2.5. Sekam padi sulit untuk dinyalakan dan tidak mudah terbakar dengan api di ruang terbuka kecuali udara ditiupkan kedalamnya. Sekam padi sangat tahan terhadap dekomposisi jamur yang menyebabkan sekam padi sulit untuk terurai secara alami. Butiran kecil dan bulu pada bagian luar epidermis juga terlihat mengecil ukurannya. Pada abu putih sekam padi, walau sangat rapuh, tapi masih memiliki struktur aslinya.

Sekam padi memiliki masa jenis yang rendah yaitu 70-110 kg/m³, 145kg/m³ ketika bergetar atau 180 kg/m³ dalam bentuk briket atau pellet. Dengan demikian untuk penyimpanan dan transportasi, sekam padi membutuhkan volume besar, yang membuat transportasi jarak jauh menjadi tidak ekonomis. Ketika sekam padi dibakar, kadar abu yang diperoleh adalah 17-26%, jauh lebih tinggi dari pada bahan bakar lainnya (kayu 0,2% - 2%,



batubara 12,2%). Abu sekam padi memiliki komposisi silika yang sangat tinggi dan memungkinkan untuk dijadikan bahan baku alternatif pembuatan beberapa senyawa berbasis silika seperti silika gel dan natrium silikat. Sekam padi memiliki nilai kalori tinggi rata-rata dari 3410kkal/kg dan dapat digunakan sebagai salah satu sumber energi terbaru (Rosalia, 2015)



Gambar 2.5 Ilustrasi silika didalam sekam padi (Shen, 2017)

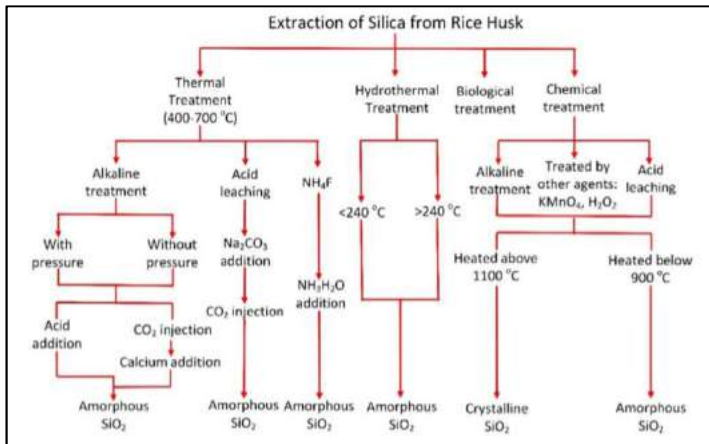
2.2.1 Silika Pada Sekam Padi

Silika dianggap sebagai bahan anorganik yang sangat penting dan banyak digunakan untuk berbagai aplikasi komersial seperti saringan molekuler, katalis, dan biomedis serta aplikasi elektrikal. Secara umum mikrostruktur anorganik berpori kecenderungan memiliki *low density*, partikel yang stabil secara termal, dan struktur yang tahan mekanis. Senyawa kimia sintesis bahan silika tidak hanya relatif mahal dan *eco-hazardous*, tapi juga membutuhkan kondisi sintesis yang ketat. Sebaliknya, biosilifikasi oleh organisme hidup seperti cyanobacteria, diatom, spons, dan tanaman berlangsung dalam kondisi fisiologis ringan dan menghasilkan keragaman silika biogenik kompleks dan hirarkis kerangka berstruktur nano (Ehrlich, dkk., 2010).

Abu sekam padi atau *rice husk ash* (RHA) yang kaya silika bisa diperoleh dengan perlakuan panas pada temperatur tinggi atau dapat diekstraksi dalam bentuk natrium silikat dengan metode



ekstraksi pelarut. Di sebagian besar aplikasi, RHA lebih menguntungkan dibanding RH. RHA adalah istilah umum yang menjelaskan semua bentuk abu yang dihasilkan dari RH. Dalam prakteknya, bentuk RHA yang didapat sangat bervariasi sesuai temperatur. Silika dalam RHA mengalami transformasi struktural berdasarkan kondisi (waktu, suhu, dan lain-lain) pembakaran. Amorf silika terbentuk pada suhu 550-800°C dan silika kristalin terjadi pada temperatur lebih tinggi (Chandrasekhar, dkk., 2006). Jenis silika ini berbeda sifat dan penting untuk menghasilkan silika RH sesuai spesifikasi untuk aplikasi tertentu.



Gambar 2.6 Perbedaan metode untuk memperoleh silika dari sekam padi (Shen, 2017)

Secara umum strukturnya dan sifat silika RH sensitif terhadap metode. Bentuk-bentuk RH silika berbeda dari amorf ke fase kristal yang berbeda tergantung pada suhu atau perawatan kimia. Gambar 2.6 merangkum prosedur umum untuk memproduksi silika dari RH, termasuk pemindahan kotoran sebelum dan sesudah proses termal. Dari Metode sintesis yang berbeda, metode kimiawi yang terdiri dari sederhana pelindian asam dan post anil adalah yang paling sederhana dan sukses teknik



untuk mensintesis ultrafine SiO_2 nanopartikel dari RHA (Soltani, dkk., 2015).

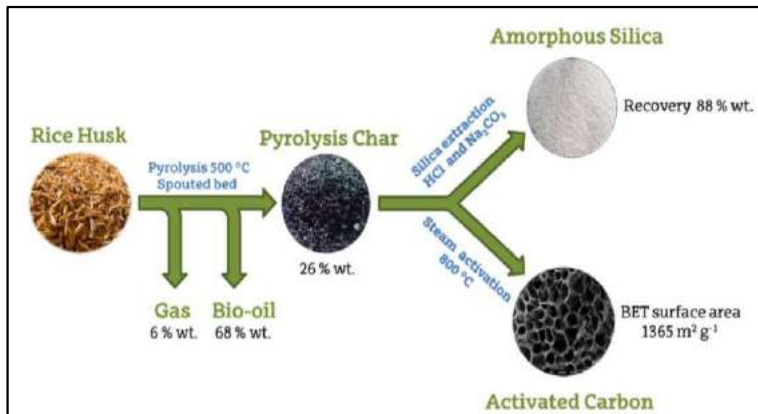


Gambar 2.7 Foto dan gambar SEM dari padi, beras, sekam padi, abu sekam padi, dan solika nanopartikel (Sankar, dkk., 2016)

Leaching RH dengan larutan HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , HNO_3 , NH_4OH dan NaOH sebelum perlakuan termal pada rentang yang berbeda suhu dan waktu bisa sangat efektif dalam mempercepat hidrolisis selulosa dan hemiselulosa di RH dan menghilangkan sebagian besar pengotor logam. Hal ini memungkinkan menghasilkan silika warna putih, dengan luas permukaan spesifik yang tinggi. Terlepas dari kondisi sintesisnya, jenis prekursor biosilika juga bisa mempengaruhi sifat bahan silika (Sankar, dkk., 2016). Sankar (2016) mensintesis nanopori silika biogenik dari berbagai jenis sumber RH (ditunjukkan pada Gambar 2.7). Nanopartikel silika yang diperoleh memiliki seragam morfologi permukaan berkenaan dengan distribusi ukuran partikel, dan ukuran nanopartikel silika menurun dari 50 nm (sticky RHA) menjadi 10 nm (coklat RHA). Nano *powder* silika mesopori disintesis dari coklat RHA memiliki distribusi ukuran partikel terendah dan luas permukaan tertinggi Selain itu, berbagai ukuran mulai dari nanometer hingga mikrometer partikel silika bulat amorf bisa digunakan untuk aplikasi yang berbeda.



RH dapat diubah menjadi *bio-oil* dan *syngas* untuk aplikasi energi melalui proses pirolisa. Dikombinasikan dengan ekstraksi kimiawi, silika amorf dapat diambil dari sisa proses pirolisa. Lebih signifikan lagi, karbon aktif dengan luas permukaan spesifik yang tinggi bisa juga diproduksi dengan menggunakan aktivasi fisik atau kimia (diilustrasikan pada Gambar 2.8). Produksi silika dengan produk berharga lainnya terutama termasuk karbon aktif, *biofuel* dan *lignocellulosic*.

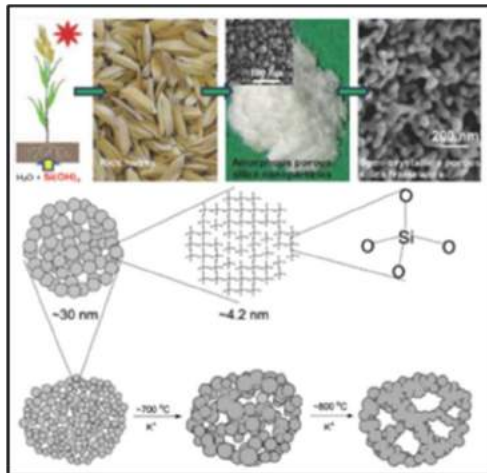


Gambar 2.8 Produksi amorfus silika dan karbon aktif dari sekam padi (Sankar, dkk., 2016)

Sebagai tambahan, bahan silika RH dengan morfologi spesifik dan struktur dapat disintesis untuk beberapa aplikasi tertentu. (Wang, dkk., 2012) mengeksplorasi morfologi intrinsik dan mikro- struktur biosilika dalam RH dengan mengendalikan *pretreatment* dan kondisi reaksi untuk mempertahankan struktur aslinya. produknya, nanopartikel silika berpori dengan distribusi ukuran pori dan luas permukaan yang tinggi awalnya dibuat dari RH yang diberi perlakuan HCl dengan cara dikendalikan saat proses pirolisis. Selanjutnya, kerangka silika berpori semi-kristal dengan ukuran pori yang dibentuk oleh doping nanopartikel silika dengan kation K^+ dan menyesuaikan kondisi pirolisa (seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.9). Dibandingkan dengan silika



amorf berpori, silika kerangka berpori memiliki aplikasi yang luas dan menunjukkan kinerja yang superior karena peningkatan kristalinitas dan integritas structural. Secara umum, RHA memiliki berbagai macam aplikasi, termasuk produksi gel silika, chip silikon, karbon aktif dan silika, bahan bangunan, katalis, zeolit, bahan baterai, graphene, penyimpanan energi atau kapasitor, penangkapan karbon, dan *drug delivery*.



Gambar 2.9 Sintesis silika berpori dari sekam padi dan silika kerangka berpori (Wang, dkk., 2012)

2.2.2 Abu Sekam Padi

Sekam padi adalah kulit yang membungkus butiran beras, dimana kulit padi akan terpisah dan menjadi limbah atau buangan. Jika sekam padi dibakar akan menghasilkan abu sekam padi. Secara tradisional, abu sekam padi digunakan sebagai bahan pencuci alat-alat dapur dan bahan bakar dalam pembuatan batu bata. Penggilingan padi selalu menghasilkan kulit gabah / sekam padi yang cukup banyak yang akan menjadi material sisa. Ketika bulir padi digiling, 78% dari beratnya akan menjadi beras dan akan menghasilkan 22% berat kulit sekam. Kulit sekam ini dapat

BAB II TINJAUAN PUSTAKA



digunakan sebagai bahan bakar dalam proses produksi. Kulit sekam terdiri 75% bahan mudah terbakar dan 25% berat akan berubah menjadi abu. Abu ini dikenal sebagai Rice Husk Ash (RHA) yang memiliki kandungan silika reaktif sekitar 85%-90%. Dalam setiap 1000 kg padi yang digiling akan dihasilkan 220 kg (22%) kulit sekam. (Prasetyoko, 2001)

Tabel 2.2 Kandungan unsur silika hasil ekstraksi sekam padi (Kumar, dkk., 2017)

Elements, %	Silika tanpa <i>leaching</i> asam	Silika <i>leaching</i> asam klorida	Silika <i>leaching</i> asam sulfat
SiO ₂	95.772	99.582	99.083
MgO	0.397	0.016	0.035
Al ₂ O ₃	0.046	0.168	0.605
P ₂ O ₅	0.459	0.106	0.130
SO ₃	0.653	0.017	0.046
K ₂ O	0.618	0.018	0.016
CaO	0.667	0.043	0.050
MnO	0.054	-	0.014
Fe ₂ O ₃	0.050	0.025	0.017
ZnO	0.015	0.002	0.004
Cl	0.010	0.007	-
Na ₂ O	1.259	-	-

Jika kulit sekam itu dibakar pada tungku pembakar, akan dihasilkan sekitar 55 kg (25%) RHA. Sekitar 20% dari berat padi adalah sekam padi, dan bervariasi dari 13 sampai 29% dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar. Nilai paling umum kandungan silika (SiO₂) dalam abu sekam padi adalah 94 –96% dan apabila nilainya mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah (Tabel 2.2). Abu sekam padi apabila



dibakar secara terkontrol pada suhu tinggi sekitar ($500 - 600^{\circ}\text{C}$) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia (Prasetyoko, 2001).

2.3 Aplikasi *Mesoporous* Material

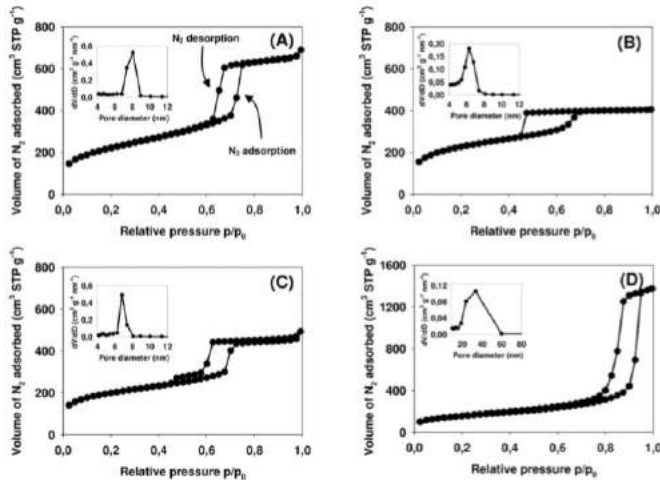
Bahan mesopori sangat menarik untuk berbagai macam aplikasi dalam ilmu teknis seperti katalisis, elektronik, produksi hidrogen fotokatalitik, sel surya dan komponen baterai. Penelitian yang luas telah dilakukan pada beragam aplikasi biomedis dari bahan mesopori karena sifat unik mereka termasuk daerah tinggi permukaan spesifik, volume pori besar, ukuran pori, stabilitas kimia dan kemungkinan modifikasi permukaan. Selain itu, tergantung pada sifat kimia, struktur ini mungkin memiliki neon, magnet atau melakukan properti. Karena fakta ini, material mesopori telah menarik perhatian besar di bidang aplikasi biomedis termasuk obat dan pengiriman gen, pencitraan sel, biosensing, pemisahan biomolekul dan banyak lainnya. Gambar 2.10 merangkum berbagai aplikasi biomedis bahan mesopori menjadi subjek pekerjaan ini.

Artikel ini memberikan tinjauan dipahami pada material mesopori termasuk klasifikasi mereka, sifat dan aplikasi dalam ilmu biomedis. Karya ini akan memberikan wawasan berbagai jenis mesostruktur yang dapat digunakan dalam pemberian obat, biosensing, bioimaging, dan rekayasa jaringan. Selain itu, aspek penting dari cytotoxicity dari mesostruktur akan dibahas. Akhirnya, kami meninjau yang ditonton menyewa kegiatan penelitian di bidang bahan mesopori dalam aplikasi biomedis (Moritz, dkk., 2015).



Gambar 2.10 Aplikasi Biomedis Bahan Mesopori (Moritz, dkk., 2015)

Karena karakteristik unik bahan mesopori telah muncul sebagai alat baru dalam aplikasi biomedis. Membangun struktur mesopori ditandai dengan luas permukaan spesifik yang besar (biasanya beberapa ratus m^2/g). Bahan mesopori terdiri dari kelas dengan struktur yang berbeda, pengaturan saluran mesopori dan geometri pori. Selain itu, bahan mesopori yang dicirikan oleh nitrogen adsorpsi-desorpsi isoterm jenis IV dengan lingkaran histeresis karakteristik terkait dengan kondensasi kapiler dari adsorbat di mesopori. Nitrogen adsorption- desorpsi isoterm pada -196°C dan distribusi ukuran pori untuk berbagai struktur mesopori disintesis sesuai dengan daftar pustaka asli disajikan pada gambar 2.11

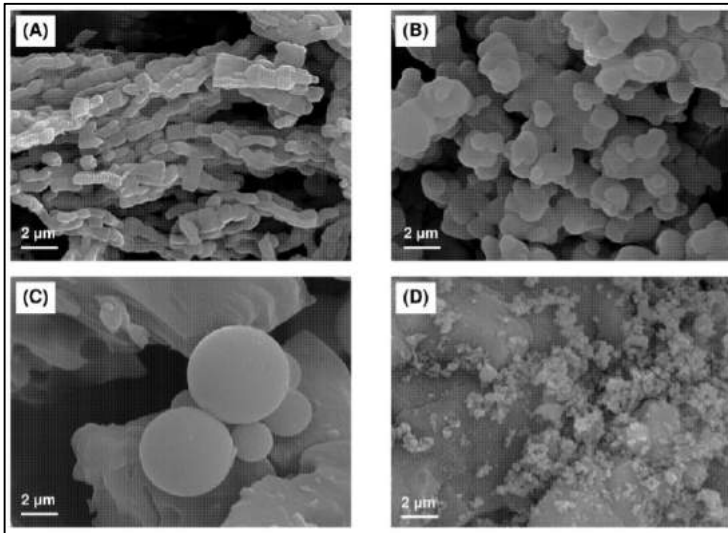


Gambar 2.11 Nitrogen adsorption–desorption isotherms dari beberapa mesopori material: (A) SBA-15, (B) SBA-16, (C) PHTS, (D) MCF. (Moritz, dkk., 2015)

Material ini memiliki berbagai bentuk dan posisi dari hysteresis loop terkait dengan berbagai geometri saluran mesopori. Material SBA-15 dan SBA-16 mengungkapkan H1 dan H2 jenis hysteresis karakteristik loop untuk silindrikan dan rongga mesopori. *Plugged Hexagonal Templated Silica* (PHTS) mengungkapkan tipe IV nitrogen adsorpsi isotherm dan cabang desorpsi dua langkah karakteristik. Dua langkah kondensat penguapan hasil dari saluran mesopori sebagian diblokir oleh nanopartikel silika amorf. *Mesocellular foam* (MCF) menunjukkan jenis H1 hysteresis loop terkait dengan kondensasi adsorbat pada karakteristik tekanan relatif tinggi untuk mesostruktur dengan ukuran pori yang besar. Bahan mesopori mungkin menunjukkan morfologi yang berbeda partikel seperti bola, bola berongga, serat, tali-seperti domain, batang, heliks dan lain-lain. Pada gambar 2.13 scanning electron mikrograf (SEM) dari *mesostructures* dipilih disintesis untuk protokol mapan. Semua parameter struktural dan tekstur dibahas memainkan peran penting dalam aplikasi lebih



lanjut dari matriks mesopori dalam sistem pengiriman obat. Porositas tinggi dan luas permukaan spesifik yang besar meningkatkan laju pelepasan zat aktif yang larut dalam air. Porositas juga merupakan faktor kunci dalam adsorpsi dan pemisahan biomolekul yang berkaitan dengan berat molar dan ukuran molekul.



Gambar 2.12 Gambar *Scanning electron microscopy* menunjukkan morfologi dari *mesoporous particles*: (A) *chain-like* (SBA-15), (B) *almost spherical* (MCF), (C) *ideally spherical* (SBA-16), (D) *irregular* (SBA-16) (Moritz, dkk., 2015)

Mesostruktur lainnya seperti karbon mesopori dan oksida logam transisi mesopori tidak hanya memiliki keutamaan bahan mesopori silika, tetapi juga memiliki banyak pertunjukan yang baik termasuk konduksi listrik atau semikonduksi masing-masing. Fitur-fitur ini lebih memperhatikan komponen elektroda yang digunakan dalam metode kimia elektro untuk penentuan zat bioaktif dan desain sensor ducting semikonduktor (Moritz, dkk., 2015).



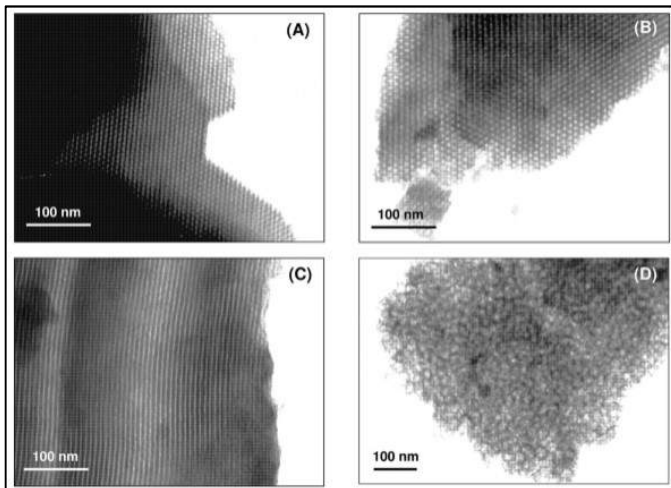
2.4 Mesoporous Silika

Nanopartikel silika mesopori disintesis dengan metode sol-gel untuk menghasilkan nanopartikel dengan ukuran yang homogen. Penambahan surfaktan selama sintesis menghasilkan generasi struktur dengan banyak pori-pori kecil (struktur mesopori). Ide surfaktan templating untuk memproduksi bahan mesopori pada awalnya dilaporkan di 1988 oleh Dr. Kazuyuki Kuroda dan yang lainnya. Metode serupa adalah diterbitkan oleh Mobile Corporation pada tahun 1992 (Kresge dkk, 1992). Sejak itu, beragam nanopartikel silika mesopori telah disintesis termasuk organosilika dan periodik mesopori organosilika material yang menggabungkan bahan organik. Nanopartikel silika mesopori (MSNs) memiliki sejumlah fitur yang menguntungkan untuk mengembangkan sistem pelepasan terkontrol. Pertama, stabilitas relatif mereka memungkinkan seseorang memodifikasi nanopartikel secara kimia. Berbagai modifikasi kimia telah dilakukan pada permukaan serta interior pori. Kedua, luas area permukaannya memungkinkan berbagai modifikasi dilakukan. Ketiga, pori-pori di nanopartikel menyediakan ruang penyimpanan untuk obat antikanker yang menghasilkan pemuatan obat antikanker yang tinggi. Akhirnya, kemudahan sintesis MSN memungkinkan seseorang untuk meningkatkan sintesisnya memungkinkan sintesis skala besar nano material ini (Mekaru dkk., 2015).

Mesoporous silica nanopartikel dapat disintesis dengan memodifikasi proses Stöber dengan surfaktan tambahan (misalnya, cetyltrimethylammonium bromide (CTAB)), bahan tipe pembentuk micelle, polimer, dan dopan lainnya. Bentuk micelles bertindak sebagai rangka untuk pertumbuhan silika berbasis TEOS; setelah penghilangang *surfactant*, pori-pori dihasilkan di dalam nanopartikel silika. Mengatur bahan dan konsentrasi yang digunakan untuk membuat kontrol ukuran pori, struktur, dan kristalinitas partikel. Ukuran pori-pori telah dilaporkan antara 10 dan 300Å tergantung pada struktur yang mengarahkan material.



Modifikasi sintetis dari nanopartikel juga dapat digunakan untuk menyesuaikan ukuran pori (Jambhrunkar, dkk., 2013). Selama pertumbuhan partikel mesopori, reisan meningkatkan kondensasi silikon yang menghasilkan tingkat yang lebih besar dari ikatan Si-O-Si lebih sedikit gugus Si-OH relatif terhadap partikel Stöber nanoporous yang khas. Tingkat kondensasi Si juga dapat dipengaruhi oleh kalsinasi yang mengurangi jumlah gugus Si-OH. Sebagai contoh, mikrograf transmisi elektron mikroskop (TEM) dari silika mesosstruktur paling populer disiapkan sesuai dengan protokol sintetis ditunjukkan pada gambar 2.13.



Gambar 2.13 Gambar transmission electron micrographs (TEM) dari mesoporous materials: (A) SBA-15, (B) SBA-16, (C) PHTS, (D) MCF. (Moritz, dkk., 2015)

Mengontrol kadar surfaktan dan TEOS secara ketat dapat menghasilkan partikel mesopori terstruktur yang berserat. Cina etal. digunakan TEOS di hadapan CTAB, yaitu amphiphilic dan membentuk struktur micellular, reparasi atas sangat disarankan MCM-41 jenis nanopartikel. MCM-41 (Komposisi Mobil Matter Number41) adalah salah satu kelas nanopartikel silika yang paling banyak diteliti. Struktur pori heksagonal MCM-41 dapat diamati



dengan difraksi elektron dan resolusi tinggi TEM (Wen, dkk., 1999). Biasanya, partikel tipe MCM-41 memiliki struktur pori yang sangat teratur, dengan ukuran pori mulai dari 1 sampai 3 nm.

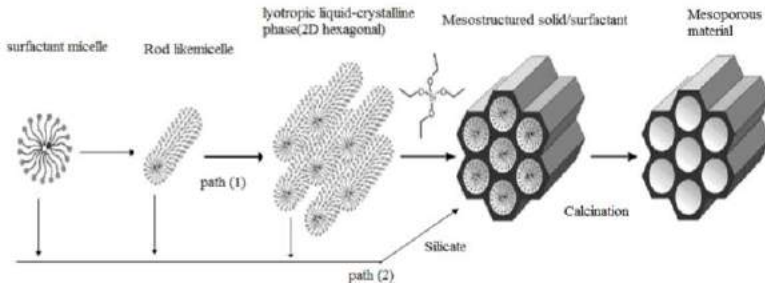
Untuk ukuran pori yang lebih besar, polimer triblock yang tersusun dari polietilena oksida dan polipropilena oksida digunakan sebagai komponen penataan jaringan Kopolimer blok membentuk templat yang dikombinasikan dengan TEOS untuk membentuk bahan dengan ukuran pori antara 46 dan 300Å. Bahan ini, SBA-15 (Santa Barbara Amorf material tipe -15) juga merupakan ukuran partikel nano silika yang sangat diteliti. Ukuran pori-pori bervariasi dengan polimer spesifik yang digunakan dalam sintesis dan seragam untuk polimer tertentu. Biasanya, menggunakan surfaktan karena elemen penyusun struktur menghasilkan pori-pori terbatas. sampai di bawah 40Å. Ukuran pori lebih besar untuk kemampuan memuat bahan lebih besar seperti protein atau partikulat yang lebih kecil setelah sintesis kasar nanomaterial silika (Libermana, dkk., 2014).

2.5 Metode Sintesis Mesoporous Material

Proses sol-gel adalah teknik kimia basah yang secara luas digunakan di bidang ilmu dan teknik material keramik. Nama lain yang digunakan untuk proses ini adalah metode deposisi larutan kimia. Dalam proses sol-gel, di mulai suspensi koloid (yaitu disebut sol) dipersiapkan untuk pertumbuhan jaringan anorganik dan kemudian proses gelasi dari sol dilakukan untuk membentuk jaringan dalam fase cair kontinyu (yaitu disebut gel) (lihat Gambar 2.14). Prekursor digunakan untuk mensintesis koloid ini biasanya terdiri dari unsur logam atau metaloid dikelilingi oleh berbagai ligan reaktif. Bahan awal diproses untuk membentuk oksida terdispersi dan membentuk sol dalam kontak dengan air atau asam encer. Penghilangan cairan dari sol menghasilkan gel; ukuran partikel dan bentuk dikendalikan oleh transisi sol / gel. Kalsinasi gel menghasilkan oksida. Reaksi yang terlibat dalam kimia sol-gel terutama didasarkan pada hidrolisis berikut dengan kondensasi



alkoksida logam dimana sesuai oksida dan oksida dicampur dengan stoikiometri yang berbeda (Kumar, dkk., 2017).



Gambar 2.14 Skema proses sintesis mesoporous MCM-41

2.6 Surfactant

Pemilihan surfaktan adalah faktor kunci. Telah ditemukan bahwa struktur dan sifat surfaktan sangat mempengaruhi mesostructural akhir, ukuran pori dan luas permukaan saringan molekul mesopori. Surfaktan yang sering digunakan dan komersial dapat dikelompokkan menjadi surfaktan kationik, anionik dan nonionik. Sampai sekarang, beberapa surfaktan amfoterik digunakan dalam sintesis (Zhao, Wan, & Zhou, 2013).

a. Surfaktan kation

Surfaktan kationik kuartalan $C_nH_{2n+1}N(CH_3)_3Br$ ($n = 8-22$) umumnya efisien untuk sintesis *ordered mesoporous materials*. Tersedia secukupnya *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) yang sering digunakan. Surfaktan Gemini, surfaktan bolaform, surfaktan grup *multi-head* dan surfaktan kationik yang baru dilaporkan juga dapat digunakan sebagai template untuk menyiapkan berbagai mesostruktur. Surfaktan kationik memiliki kelarutan yang sangat baik, nilai *critical micelle temperature* (CMT) tinggi, dan dapat digunakan secara luas pada media asam dan media dasar. Tapi mereka beracun dan mahal. Jelas bahwa mesostruktur turunan sangat



dipengaruhi oleh kontrol rasional interaksi organik-anorganik dan perakitan kooperatif spesies silikat dan surfaktan.

b. Surfaktan anion

surfaktan garam anionik meliputi karboksilat, sulfat, sulfonat, fosfat, dan lain-lain. Dibandingkan dengan surfaktan kationik, interaksi yang terjadi antara surfaktan anionik dan spesies silikat gagal untuk membentuk mesostruktur teratur. Mengenai efek pencocokan biaya, menunjukkan rute sintesis untuk menciptakan *anionic-surfactant-templated mesoporous silica* (AMS-n) di bawah kondisi dasar dengan menggunakan surfaktan anionik sebagai SDA (Structure-Directing Agent) dengan bantuan aminosilan atau aminosilanes kuartener seperti APS (3-aminopropyltrimethoxysilane) dan TMAPS (N-trimethoxysilylpropyl-N, N, N-trimetilamonium klorida) sebagai CSDA (*Costructure - Directing Agents*). Perlu disebutkan bahwa konsep CSDA disini entah bagaimana tidak tepat karena silan organik positif tidak bisa mengarahkan struktur mesostruktur, hanya menghasilkan muatan yang sesuai. Oleh karena itu, lebih tepat untuk memanggil mereka coprecursors.

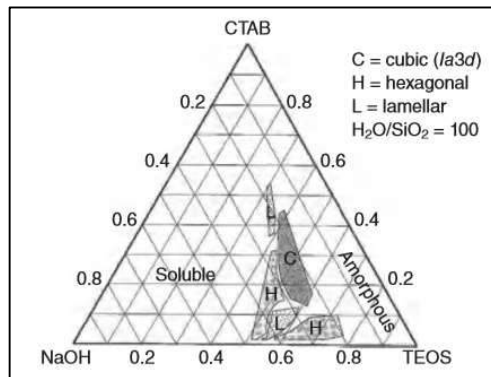
c. Surfaktan non-ionik

Surfaktan non-ionik tersedia dalam berbagai macam struktur kimia yang berbeda. Mereka banyak digunakan di industri dengan alasan karakteristik menarik mereka, seperti biaya rendah, tidak beracun dan biodegradabilitas. Surfaktan non-ionik memiliki perilaku fase yang kaya dan nilai CMT rendah, dan telah menjadi semakin populer dan kuat dalam sintesis padatan mesopori. Gambar 2.4 mencantumkan surfaktan nonionik komersial klasik. Anggota utama meliputi surfaktan alkil PEO (poly-ethylene oxide) oligomerik, kopolimer triblock amphiphilic (misal, PEO - PPO - PEO), ester sorbitan, dan lain-lain. Akhir-akhir ini, Wiesner dan rekan kerja melaporkan ordered mesoporous (alumino) silicate dengan pori-pori besar poly(isoprene) – block – poly(ethylene



oxide) (PI-b-PEO) diblock-copolymers sebagai SDA. Tapi sintesisnya rumit dan prekursornya mahal harganya.

Diagram fasa surfaktan dapat menentukan struktur silikat mesopori dalam kasus pendekatan temporal katalisis "*true*". Suatu fase liquid-crystal terbentuk ketika konsentrasi surfaktan sangat tinggi, yang disebabkan oleh penguapan pelarut atau agregasi dan kondensasi prekursor anorganik. Konsentrasi surfaktan dapat disetel dalam rentang yang relatif luas. Mesostruktur yang diturunkan bisa beragam sesuai dengan mikrodom yang diinginkan. Biasanya, konsentrasi yang lebih tinggi menyebabkan mesostruktur dengan kelengkungan tahap yang lebih rendah. Dalam kasus ini, surfaktan yang tidak larut dalam air dapat digunakan sebagai SDA.



Gambar 2.15 Diagram fasa surfaktan, NaOH, dan TEOS

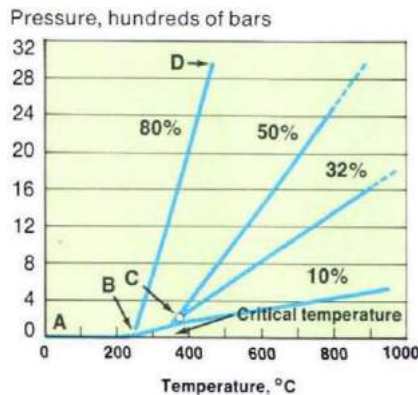
Dalam proses hidrotermal, konsentrasi dan suhu surfaktan yang menentukan diagram fasa mempengaruhi *mesostructure* akhir. Contohnya adalah sistem surfaktan CTAB dalam kondisi dasar. Jika rasio molar surfaktan / TEOS serendah 0,11 - 0,5, heksagonal MCM-41 2D adalah produk dalam banyak kasus. 3D kubik MCM-48 dapat dibentuk setelah perlakuan hidrotermal pada 100°C jika rasio meningkat menjadi 0,5-0,8. Selanjutnya meningkatkan hasil rasio pembentukan *mesostructure* lamellar



yang tidak stabil. Fenomena ini jelas terkait dengan ordered microdomains dari surfaktan sampai batas tertentu (Gambar 2.15). Diagram fasa adalah panduan yang sangat berguna untuk sintesis hidrotermal, namun pembentukan mesofasa tidak tepat mengikutinya. Hal ini disebabkan oleh fakta bahwa interaksi antara oligomer silikat dan segmen hidrofilik surfaktan berkontribusi terhadap hidrofilisitas. Oleh karena itu, sifat hidrofobik / hidrofilik sistem terus berubah selama polimerisasi spesies silikat. Parameter lain, seperti suhu, anorganik / kelarutan air dan alkalinitas yang mempengaruhi tingkat hidrolisis dan silang silika juga mengubah pembentukan mesofasa.

2.7 Hidrothermal

Hidrotermal merupakan metode pertumbuhan ukuran kristal yang disebabkan pemanasan material oleh uap air. Pertumbuhan kristal pada proses ini terjadi di dalam wadah baja bertekanan tinggi yang disebut dengan *autoclave* (Alfaruqi, 2008).

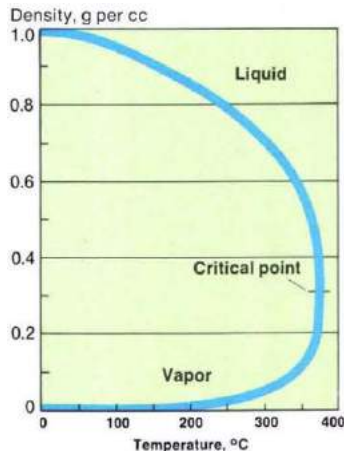


Gambar 2.16 Perilaku tekanan-temperatur autoclave yang terisi sejumlah air (Laudise, 1987)

Pada Gambar 2.16 di atas menunjukkan grafik perlakuan tekanan-temperatur dari air yang berada di dalam *autoclave* yang diisi dengan persentase isi dari volume *autoclave*. Garis A-C adalah



kurva tekanan uap yang berdampingan dengan liquid dan gas, sedangkan titik C merupakan titik kritis air, yakni 374°C , 220 bar. Pada titik kritis ini densitas gas dan cairan adalah 0.32 g per cc.

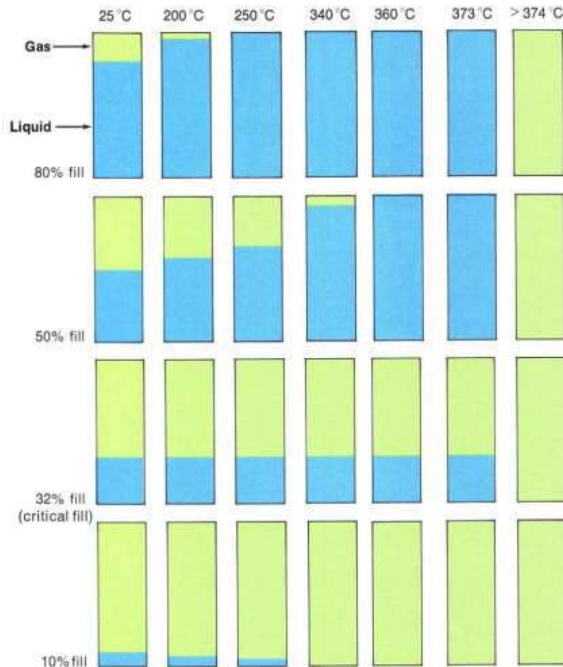


Gambar 2.17 Grafik peningkatan densitas air dalam *autoclave* terhadap temperatur (Laudise, 1987)

Apabila *autoclave* pada temperatur ruang terisi 80% dari volume bebasnya kemudian dipanaskan, tekanan di dalam *autoclave* akan meningkat. Hal ini dapat dijelaskan dengan kurva tekanan uap. Densitas dari cairan air menurun dan densitas dari uap air akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.17 dimana menyebabkan meningkatnya level cairan pada *autoclave* hingga seluruh bagian dari *autoclave* terisi oleh cairan air pada temperatur 250°C , sebagaimana yang ditunjukkan pada baris atas diagram Gambar 2.17. Pada titik ini (B di sebelah kiri), Gambar 2.17, tekanan di dalam *autoclave* dimulai dari kurva tekanan uap yang meningkat sepanjang kurva B-D. Densitas air menjadi 0.80 g per cc di bawah kondisi tersebut. Maka, ketika tekanan dan temperatur yang sedemikian rupa sehingga hanya cairan atau gas yang ada di dalam



autoclave, densitas cairan identik dengan presentase isi dibagi 100. Di atas titik kritis, cairan akan mengalami penguapan, sehingga fluida dalam *autoclave* akan terdefiniskan menjadi gas. Tetapi tidak ada diskontinuitas yang terjadi ketika fluida tersebut melewati titik kritis.



Gambar 2.18 Perbandingan presentase isi terhadap temperatur (Laudise, 1987)

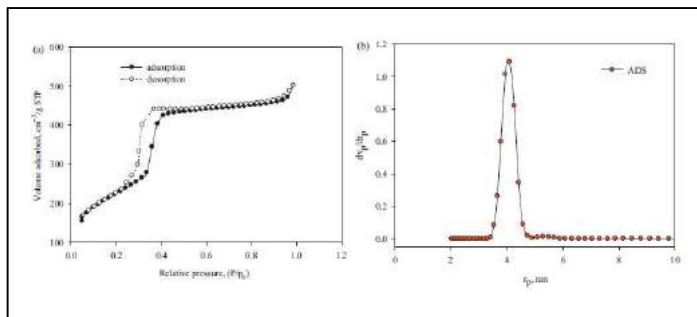
Pada *autoclave* yang terisi dengan air lebih dari 32%, cairan akan berekspansi, sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.18 untuk mengisi *autoclave* pada beberapa temperatur di bawah temperatur kritis. Semakin tinggi presentasi isi, semakin rendah temperatur dimana *autoclave* terisi oleh cairan. Apabila *autoclave* diisi hingga 32%, level cairan tidak akan berubah selama meningkatnya temperatur. Meniskus cairan-uap menghilang pada temperatur kritis dan fenomena titik kritis klasik, seperti



opalescence, terjadi. Ketika *autoclave* diisi kurang dari 32%, level cairan akan menurun selama meningkatnya temperatur. Cairan akan menghilang, *autoclave* mendidih hingga kering, pada temperatur dibawah temperatur kritis (Laudise, 1987).

2.6 State of The Art (Penelitian Terdahulu)

(Ghorbani dkk, 2013) melakukan penelitian tentang mengekstrak silika dari sedge limbah pertanian untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi dan pemanfaatannya dalam sintesis *mesoporous* silika MCM-41. Data yang diperoleh sebagai berikut



Gambar 2.19 (a). Isoterm adsorpsi dan desorpsi nitrogen pada MCM-41 dan (b). Distribusi ukuran pori (ADS) MCM-41

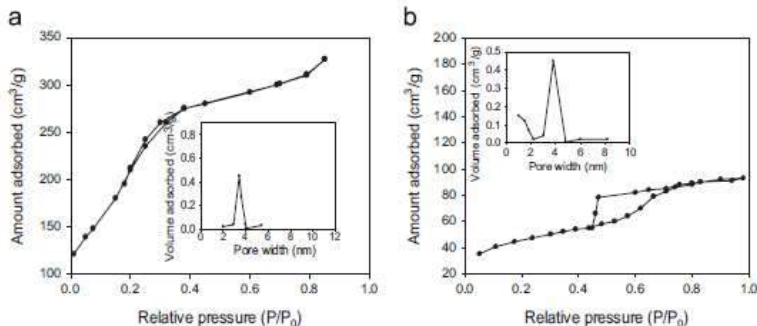
Parameter fisik isoterm nitrogen untuk Barret-Joyce-Halenda rata-rata diameter pori (DBJH), Luas permukaan Brunauer- Emmett-Teller (SBET) dan volume pori total (Vtotal) dari MCM-41 yang dikalsinasi dirangkum dalam Tabel 2.3, bersama dengan beberapa literatur yang dilaporkan.



Tabel 2.3 Parameter fisik isoterm nitrogen dari MCM-41

S_{BET} (m ² /g)	D_{BJH} (nm)	V_{total} (cm ³ /g)	Hasil data
1174	4.10	0.98	Hasil penelitian
775-1100	2.95	0.87	referensi
1003.5	3.96	0.76	referensi
965	2.80	0.90	referensi

Renuka (2013) melakukan penelitian tentang pengaruh jumlah molar CTAB terhadap pembentukan tekstur mesoporus silika MCM-41 dan SBA-16 dari abu sekam padi. Pertama sekam padi direndam dalam larutan HCl 10% selama 3 jam kemudian di keringkan pada temperatur 110°C terakhir dilakukan proses kalsinasi selama 6 jam pada temperatur 600°C untuk memperoleh abu sekam padi. Abu sekam padi yang diperoleh selanjutnya di tambahkan NaOH dan CTAB sebagai *surfactant* dengan perbandingan akhir molar 4SiO₂: 1Na₂O: 1CTAB: 200H₂O. kemudian endapan yang diperoleh dicuci dengan alkohol-air terus dilakukan proses kalsinasi untuk memperoleh mesoporous silika.



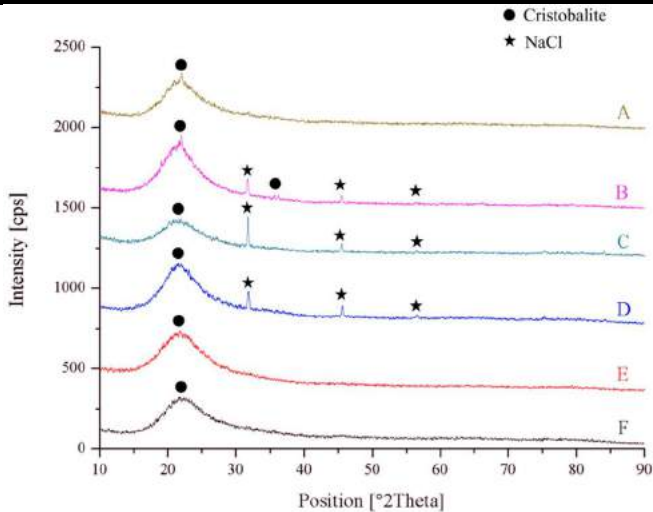
Gambar 2.20 Grafik isoterm adsorpsi nitrogen dan distribusi ukuran pori terkait (a) MCM-41 dan (b) SBA-16.



Gambar 2.20 a dan b menyajikan grafik isoterm adsorpsi nitrogen dan distribusi ukuran pori terkait MCM-41 dan SBA-16. Grafik isoterm adalah tipe IV menurut klasifikasi IUPAC. Untuk MCM-41, hysteres karakteristik adalah loop diamati pada $2.5 < P/P_0 < 3.8$, yang dalam memotong bahan mesopori dengan kisaran sempit dari pori-pori silinder seragam.

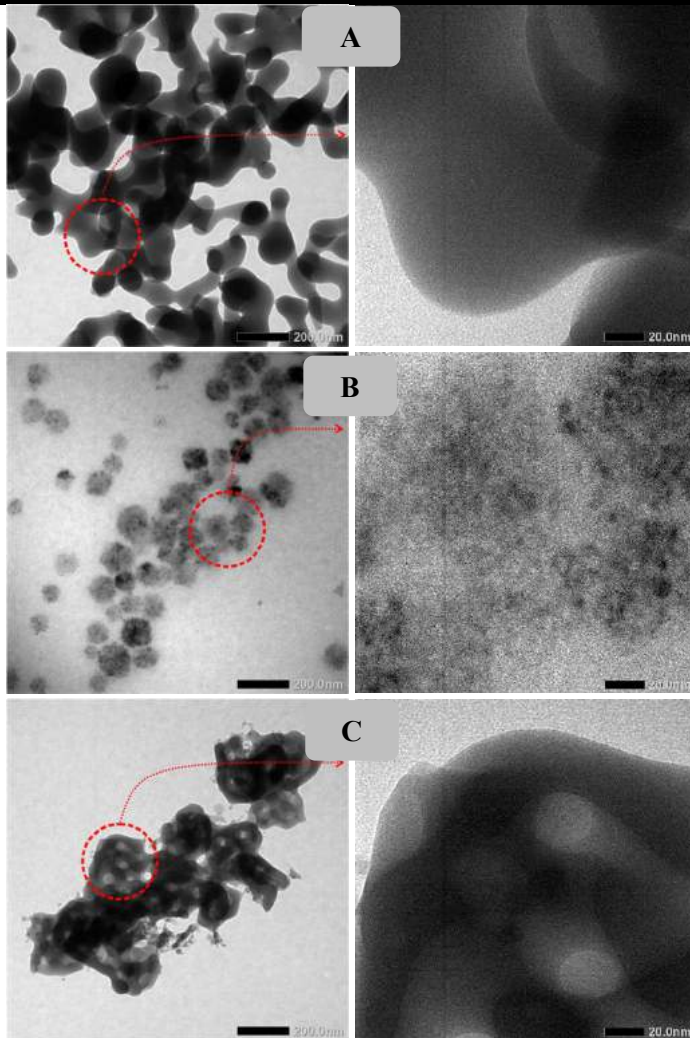
(Nurhayati, dkk, 2017) dalam penelitiannya melakukan sintesis mesopori silika dengan menggunakan template CTAB dan precursor silika hasil ekstraksi dari sekam padi. Dengan menggunakan variasi konsentrasi CTAB 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2%. Metode yang digunakan adalah sol-gel dengan penghilangan template menggunakan kalsinasi 600°C selama 4 jam.

Difraktogram yang ditunjukkan oleh Gambar 2.21 merupakan difraktogram silika dengan fasa kristalin berupa cristobalite yang bersesuaian dengan PDF card ICDD #00-002-0285. Struktur kristal yang terbentuk tidak diketahui jika mengacu pada PDF card. Selain itu, difraktogram tersebut juga menunjukkan keberadaan senyawa Na dan Cl yang ditunjukkan pada puncak 2θ sebesar $31,7^\circ$, $45,4^\circ$, dan $56,4^\circ$. Puncak tersebut merupakan puncak dari senyawa Halite atau Natrium klorida (NaCl) berdasarkan PDF card ICDD #00-005-0628 dengan struktur kristalnya berupa kubik. Adanya senyawa NaCl pada sampel ini juga mengindikasikan bahwa proses pencucian pada gel kurang bersih sehingga masih ada NaCl yang terjebak pada material silika.

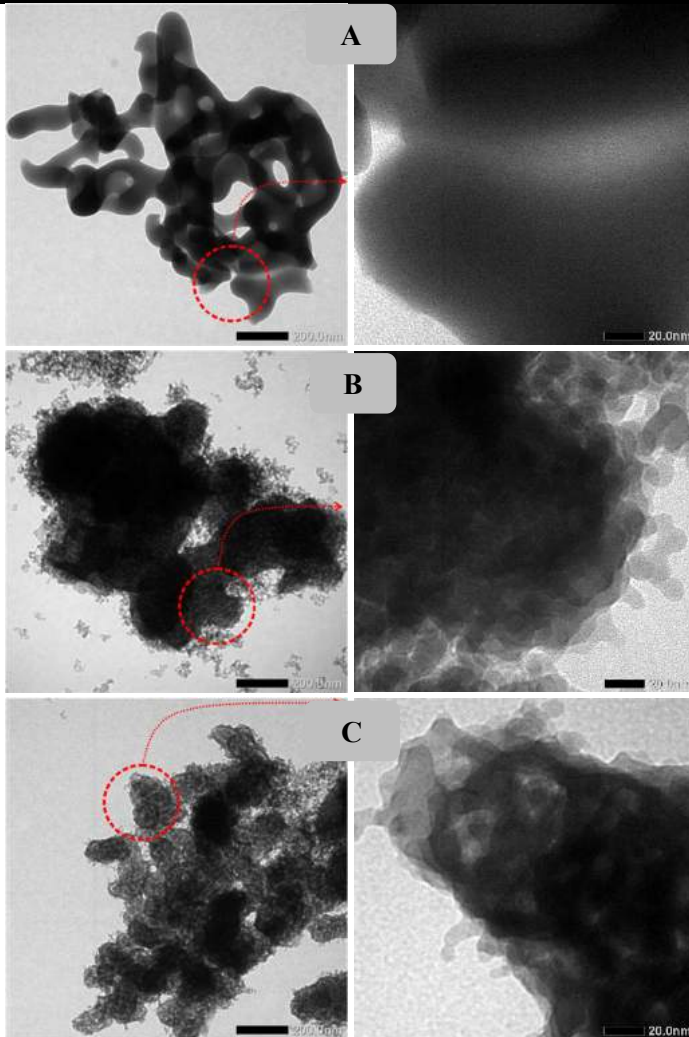


Gambar 2.21 Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.%

Dari hasil uji TEM, Gambar 2.22 dan Gambar 2.23 juga dapat diketahui ukuran rata-rata partikel dari masing-masing sampel. Pada sampel dengan variasi CTABr 1 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 55,45 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,25 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 47,39 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,5 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 66,83 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,75 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 88,48 nm. Dan pada sampel dengan variasi CTABr 2 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 91,92 nm.



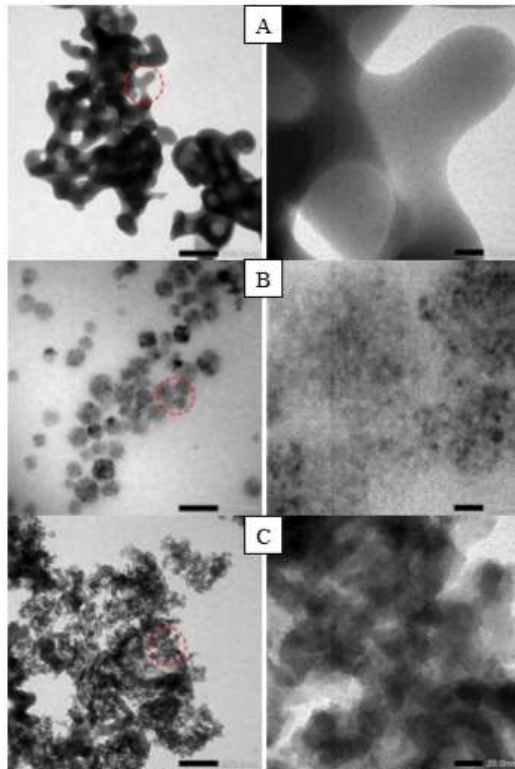
Gambar 2.22 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, dan (C) CTABr 1,25 wt.% dengan perbesaran 20000x dan 80000x



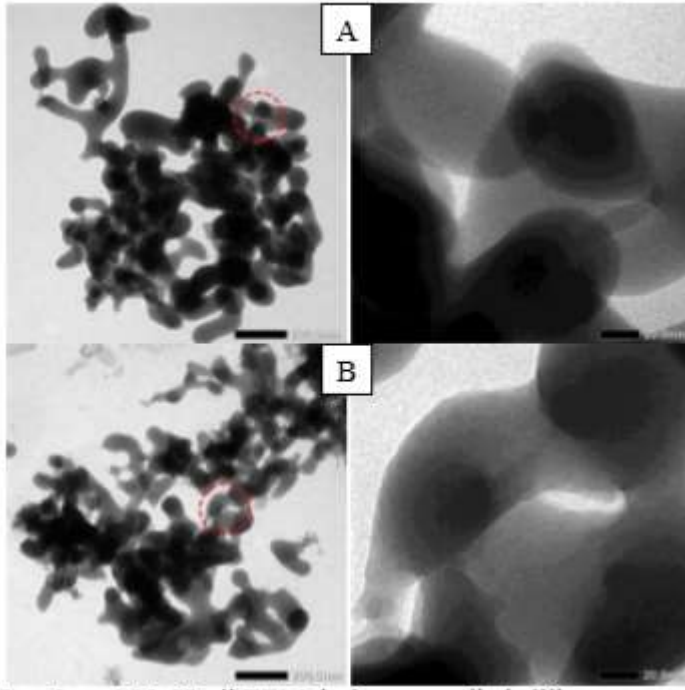
Gambar 2.23 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) CTABr 1,5 wt.%, (B) CTABr 1,75 wt.%, dan (C) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x



(Purwana dkk, 2017) dalam penelitiannya melakukan sintesis mesopori silika dengan menggunakan template CTAB dan precursor silika hasil ekstraksi dari sekam padi. Dengan menggunakan variasi konsentrasi temperatur hidrotermal, menunjukan hasil SEM sebagai berikut



Gambar 2.24 Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C



Gambar 2.25 Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 130°C, (B) 145°C

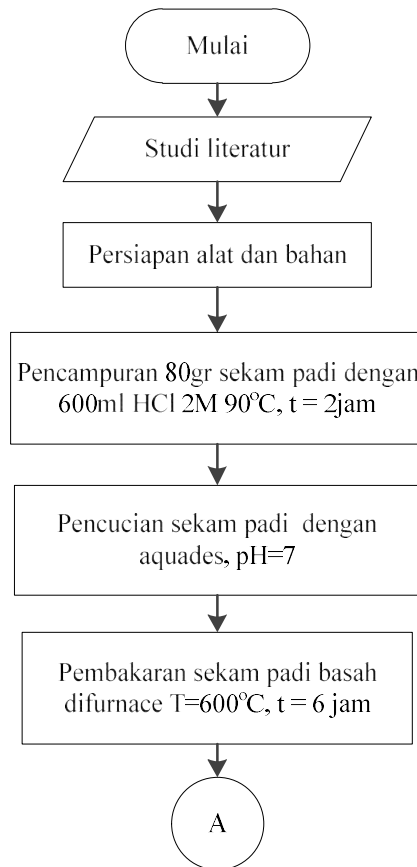
Dari data SEM pada Gambar 2.24 dan Gambar 2.25 masih belum menunjukkan adanya morfologi mesopori yang terbentuk. Karena partikel masih terlihat solid sehingga belum terbentuk mesopori silika yang diinginkan. Dari hasil uji TEM juga dapat diketahui ukuran rata-rata partikel dari masing-masing sampel, sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 69,69 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 73,54 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 115°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 79,65 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 130°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 84,03 nm.

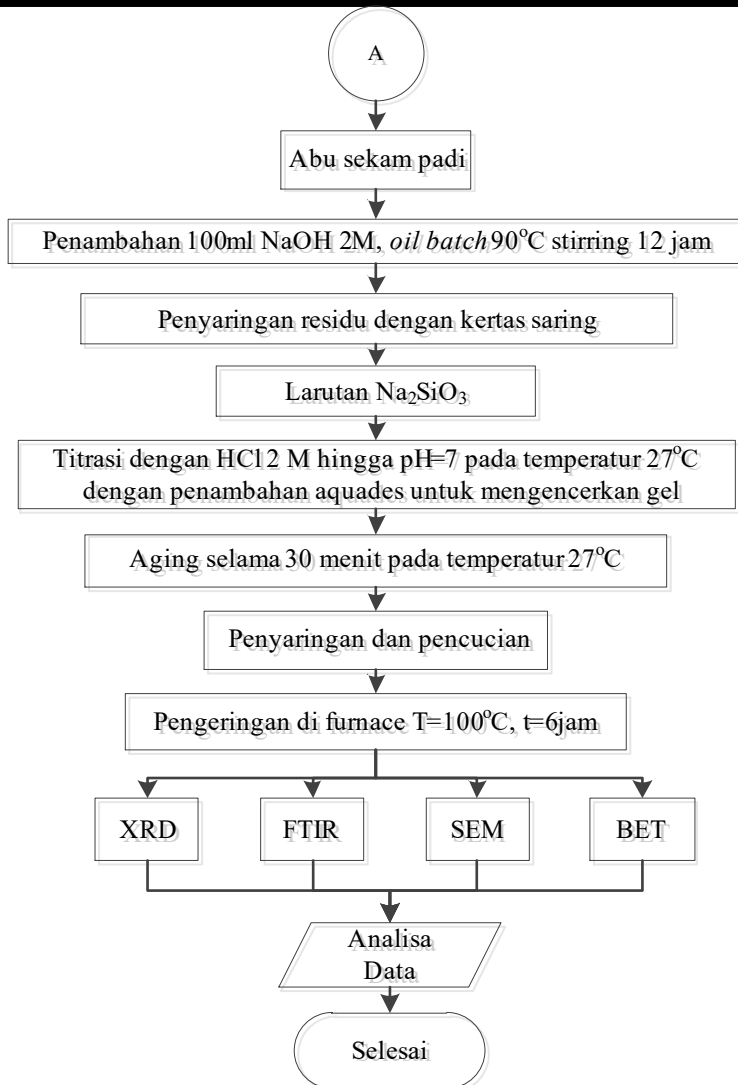
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

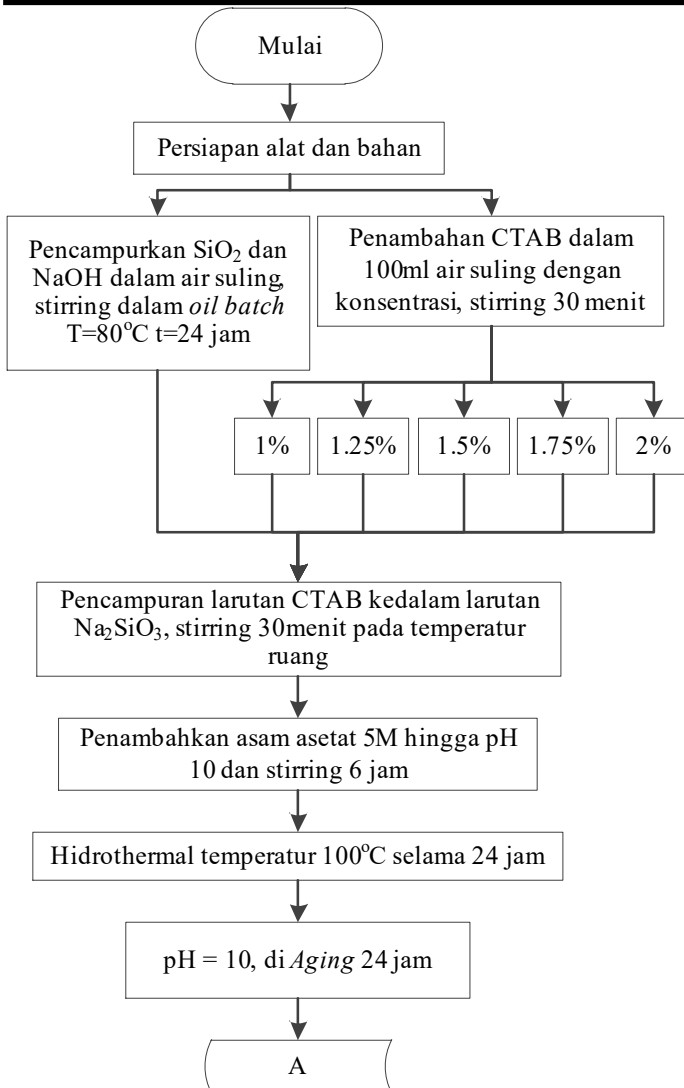
3.1 Diagram Alir

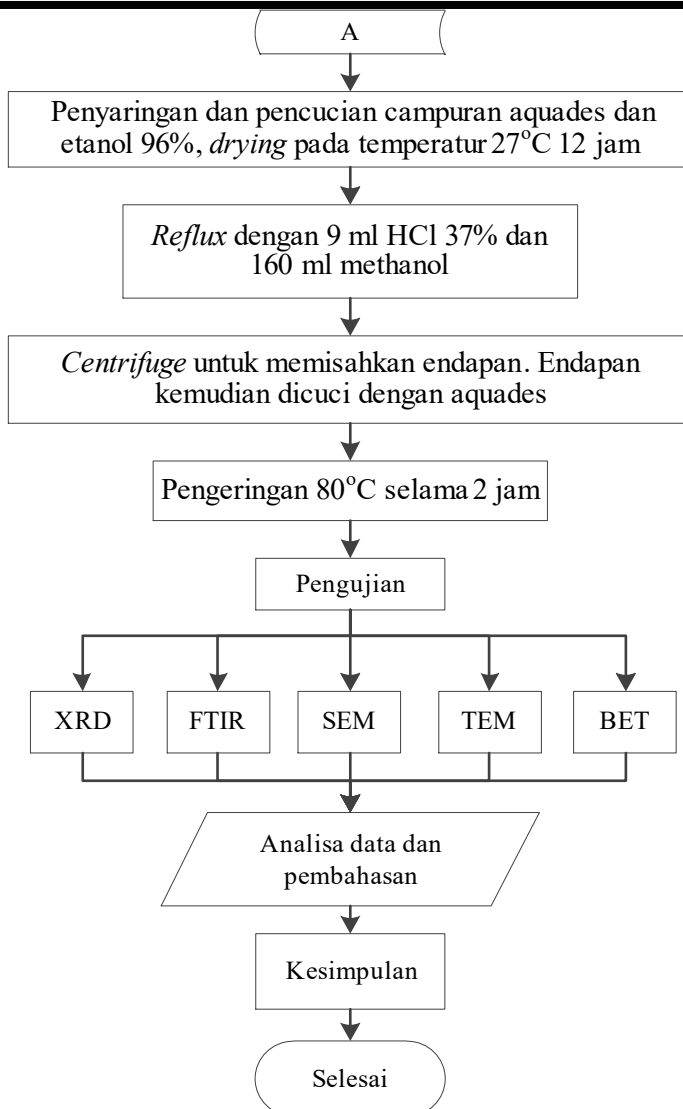
Pada penelitian ini terdapat dua tahapan yang dilakukan, yakni tahap ekstraksi silika dari sekam padi dan sintesa *Mesoporous Silica Nanoparticles* (MSNp)





Gambar 3.1 Diagram alir proses ekstraksi silika





Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan *mesoporous silica nanoparticel* (MSNp)



3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sekam padi
2. Larutan Asam klorida (HCl) 37%
3. Pellet Natrium hidroksida (NaOH)
4. Larutan Asam asetat (CH_3COOH)
5. Akuades
6. Serbuk Setiltrimetil amonium bromida (CTAB) 99%
7. Etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) 96%
8. Methanol (CH_3OH) 100%

3.3 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Timbangan Digital
Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa serbuk.



Gambar 3.3 Timbangan digital

2. *Spatula*
Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang digunakan.



Gambar 3.4 Spatula

3. *Crucible*

Crucible digunakan sebagai wadah spesimen saat kalsinasi maupun *sintering*.



Gambar 3.5 *Crucible* ukuran 50 mL

4. *Muffle Furnace*

Muffle furnace digunakan untuk proses pengeringan dan kalsinasi.



Gambar 3.6 *Muffle furnace*

5. Kertas Saring
Kertas saring digunakan untuk memisahkan ampas hasil dari reaksi sekam padi dengan larutan NaOH 1 M dan endapan *mesoporous silica*.



Gambar 3.7 Kertas saring whatman

6. Gelas Ukur
Gelas ukur digunakan untuk mengukur volum larutan yang digunakan.



Gambar 3.8 Gelas ukur

7. *Beaker Glass*

Beaker glass digunakan sebagai wadah spesimen saat pencampuran, pengadukan, maupun pencucian dengan akuades.



Gambar 3.9 *Beaker glass*

8. Erlenmeyer

Erlenmeyer digunakan sebagai wadah spesimen saat metode sol-gel.



Gambar 3.10 Erlenmeyer

9. Kertas pH

Kertas pH digunakan untuk mengukur pH pada spesimen.



Gambar 3.11 Kertas pH

10. *Buchner Funnel*

Buchner funnel digunakan untuk proses penyaringan yang dipasangkan pada labu penyaring dan pompa penghisap. *Buchner funnel* yang digunakan merupakan hasil buatan sendiri.



Gambar 3.12 *Buchner funnel* hasil modifikasi penulis

11. Kompresor

Kompresor berfungsi sebagai pompa penghisap yang dihubungkan pada labu penyaring.



Gambar 3.13 Kompresor (pompa penghisap)

12. Autoclave

Autoclave digunakan untuk mensterilkan suatu benda atau media.



Gambar 3.14 *Autoclave*

13. *Hot Plate and Magnetic stirrer*

Hot plate and magnetic stirrer digunakan untuk menghomogenkan suatu larutan dengan pemanasan maupun pengadukan.



Gambar 3.15 *Hot plate and magnetic stirrer*

14. *Centrifuge*

Centrifuge digunakan untuk mengendapkan padatan dalam suatu larutan.



Gambar 3.16 *Centrifuge*

15. Pengujian: SEM, XRD, FTIR, HR-TEM, BET surface analysis

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Bahan

Mempersiapkan bahan utama yaitu sekam padi. Sekam padi dicuci untuk menghilangkan kotoran yang ada. Selanjutnya sekam padi yang telah dicuci dijemur pada terik matahari. Lama penjemuran tergantung dari lama keringnya sekam padi. Membuat larutan HCl 2M dan asam asetat 5M.

3.4.2 Ekstraksi Silika Dari Sekam Padi

Ekstraksi SiO_2 dari sekam padi dengan cara menambahkan 80 gram sekam padi pada larutan 500ml HCL 2M dalam gelas beaker sambil dipanaskan hingga temperatur 90°C selama 2 jam. Selanjutnya sekam padi dicuci dengan aquades hingga pH 7. Kemudian sekam padi yang masih basah dimasukan kedalam *crucible* dan dibakar didalam furnace pada temperatur 600°C selama 6 jam. Hasil dari proses pembarakan disebut rice husk ash (RHA). RHA yang diperoleh selanjutnya ditimbang sebanyak 6gram dan dimasukan kedalam larutan NaOH 2M sebanyak 100ml dan dipanaskan dalam *oil bath* 90°C sambil distirring selama 12 jam. Larutan campuran silika dan NaOH kemudian disaring untuk



memisahkan residu yang ada. Kemudian larutan dilakukan proses titrasi dengan HCl hingga pH 7 dengan penambahan aquades untuk mengencerkan gel yang terbentuk agar tidak menggumpal. Selanjutnya gel di *Aging* selama 30 menit. Kemudian gel disaring dan dicuci menggunakan aquades. Terakhir gel dimasukkan kedalam crucible dan di drying dalam furnace selama 6 jam pada temperatur 100°C. SiO₂ yang dihasilkan kemudian dikeluarkan dan dilakukan pengujian.

3.4.3 Sintesis *Mesoporous Silica Nanoparticle* (MSNp)

Sintesis *mesoporous* silika nanopartikel menggunakan bahan utama silika hasil ekstraksi dari sekam padi, bahan lainnya yaitu NaOH, CH₃COOH, CTAB, etanol dan air suling. Pertama mencampurkan 6 gr SiO₂ dan 8 gr NaOH kedalam 100ml aquades dalam erlenmeyer. Kemudian di panaskan dengan *oil batch* temperatur 80°C selama 24 jam untuk mendapatkan natrium silikat (Na₂SiO₃). Dalam penelitian ini variasi konsentrasi CTAB yang digunakan adalah 1%, 1,25%, 1,5%, 1,75%, dan 2% sehingga didapat perbandingan yang berbeda untuk pembuatan silika nanopartikel mesopori (MSNp). CTAB dilarutkan kedalam 100ml aquades sesuai perbandingan konsentrasi kemudian di stirring selama 30 menit pada temperatur ruang. Selanjutnya natrium silikat dituang kedalam gelas beaker dan larutan CTAB ditambahkan secara perlahan dalam kondisi diaduk. Larutan Na₂SiO₃-CTAB distirring selama 30 menit agar larutan menjadi homogen. Setelah itu larutan Na₂SiO₃-CTAB di tambahkan CH₃COOH 5M hingga pH 10 dan stirring selama 6 jam pada temperatur ruang. Selanjutnya sol-gel yang diperoleh diberikan perlakuan *hydrothermal* pada temperatur 100°C selama 24 jam. Sol-gel yang telah di *hydrothermal* kemudian di *aging* selama 24 jam dengan pH tetap dijaga 10. Sol-gel kemudian disaring dengan kertas saring dan di cuci menggunakan campuran aquades dan etanol 96% minimal 10 kali selanjutnya di drying pada tempertaure 27°C selama 12 jam. Untuk menghilangkan CTAB mesopori silika di reflux kedalam campuran 9 ml HCl 37% dan 160 ml methanol



selama 12 jam. Kemudian larutan di *centrifuge* untuk memisahkan endapan dari larutan. Endapan kemudian dicuci dengan aquades, selanjutnya padatan mesopori silika di drying pada temperatur 80°C selama 2 jam. Terakhir padatan mesopori silika dimilling agar menjadi serbuk dan dilakukan proses pengujian.

3.4.4 Pengujian

Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, gugus fungsi, struktur dan ukuran porus dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*) dengan variasi komposisi dalam pembentukannya. Pengujian yang dilakukan sebagai berikut.

3.4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

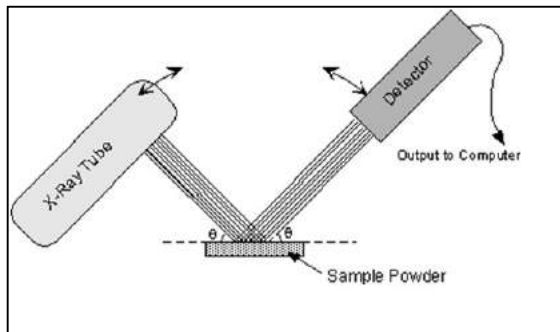
Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika maupun silika nanopartikel mesopori (*MSNp*). Uji difraksi Sinar-X (XRD), Gambar 3.17, dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.



Gambar 3.17 Alat uji XRD PANalytical



Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (*pellet*) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.18 Skema Alat Uji XRD

Pada gambar 3.18 menunjukkan Metode XRD dimana Tabung Sinar-X (*X-ray tube*) akan menembak sampel padatan kristalin dari material, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan menggunakan Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X akan memenuhi:

$$n \cdot \lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots (3.1)$$

dimana,



n = orde difraksi

λ = panjang sinar X

d = jarak kisi

θ = sudut difraksi

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD menggunakan analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif

Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data hanawalt card dan piranti lunak highscore plus analysis.

2. Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran kristal yang terbentuk dari data XRD.

Analisa kuantitatif berdasarkan hasil XRD dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut.

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cos \theta} \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana:

B = Rata-rata ukuran kristal

K = Faktor bentuk dimensi, bernilai 0.9

λ = Panjang gelombang *X-ray*

L = lebar kurva pada intensitas maksimum (FWHM)

θ = sudut Bragg

3.4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)



Pengujian SEM dilakukan terhadap silika nanopartikel mesopori (*MSNp*) dan hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Mikroskop* (SEM), Gambar 3.19, berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.20. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*.



Gambar 3.19 Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50

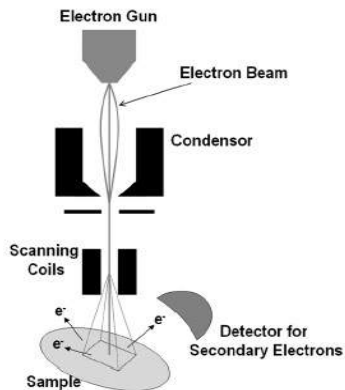
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

- a. Tahap preparasi

Sampel berupa serbuk diletakkan pada *holder* yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada *holder* dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer.



Gambar 3.20 Skema Alat Uji SEM

3.4.4.3 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika.

Sistem optik *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR), Gambar 3.21, ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari



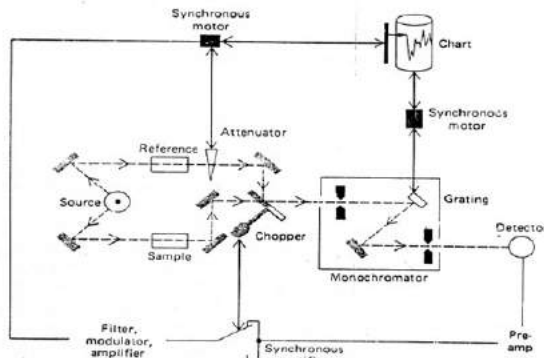
Spektrofotometer Infra Red yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*.



Gambar 3.21 Alat uji FTIR

Pada sistem optik *Fourier Transform Infra Red* digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah. Skema alat uji FTIR ini ditunjukkan pada Gambar 3.22.



Gambar 3.22 Skema Alat Uji FTIR

3.4.4.4 *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Tujuan pengujian ini adalah untuk mendapatkan resolusi yang tinggi hasil pengamatan mikrostruktur dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*). Gambar 3.23 merupakan alat uji TEM.

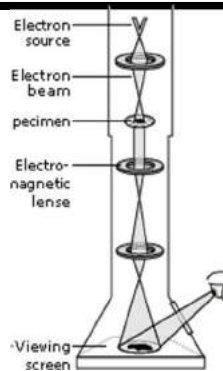


Gambar 3.23 Alat uji TEM JEOL JEM 1400 (sumber gambar: www.google.com)



Prinsip kerja dari TEM menyerupai prinsip kerja *slide projector*. TEM bekerja dengan cara yang sama seperti *slide projector*, namun sinar cahaya pada proyektor diganti dengan *electron beam* yang akan menembus spesimen. Transmisi cahaya ini lalu diproyeksikan ke layar fosfor dan membentuk sebuah hasil berupa image atau gambar untuk dilihat oleh penggunanya.

Gambar 3.24 merupakan skema alat uji TEM. *Electron source* pada bagian atas menggambarkan *electron gun* yang menghasilkan arus elektron yang monokromatis. Arus ini terfokus menjadi arus yang kecil, tipis dan koheren dengan menggunakan lensa condenser 1 dan 2. Lensa pertama berfungsi untuk mengatur ukuran spot, yaitu ukuran akhir dari titik yang akan menyerang sampel. Lensa kedua berfungsi untuk mengubah ukuran spot pada sampel, yaitu mengubah arus elektron yang sebelumnya berpendar menjadi sebuah titik. Arus tersebut akan terhalang oleh *condenser aperture*, menghasilkan pantulan dengan sudut yang besar dan akan menghasilkan titik di ujung pantulan yang menuju ke tengah. Arus elektron tersebut akan menembus sampel dan bagian-bagian yang dapat dilaluinya. Arus yang dapat tembus difokuskan oleh lensa objektif untuk menghasilkan gambar. Celah objektif dan celah area yang dipilih dapat menghambat *electron beam*, celah objektif menghasilkan kontras dengan membelok elektron dengan sudut yang besar, celah area terpilih memungkinkan pengguna untuk meneliti pola-pola difraksi dari elektron melalui keteraturan susunan atom dalam sampel. Gambar akan melewati lensa *intermediate* dan lensa proyektor dimana gambar ini akan mengalami pembesaran atau pelebaran. Gambar akan menuju layar fosfor dan cahaya akan muncul, sehingga pengguna dapat melihat gambar tersebut. Bagian gelap pada gambar menunjukkan bahwa didaerah itu hanya ada sedikit elektron yang lewat. Bagian yang terang menggambarkan bahwa di daerah itu lebih banyak elektron yang lewat.



Gambar 3.24 Skema Alat Uji TEM

3.4.4.5 BET Surface Analysis

BET Surface Analysis digunakan untuk untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isotherm adsorpsi suatu gas dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*).

Pengujian ini menggunakan alat uji berupa *Surface Area Analysis (SAA)*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.25. Prinsip kerja dari alat ini dengan menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada temperatur konstan biasanya temperatur didih dari gas tersebut. Alat uji ini pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung.

Alat uji ini hanya memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil. Biasanya berkisar 0,1 sampai 0,01 gram saja. Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan



menghilangkan gas–gas yang terserap (degassing). Alat *Surface Area Analyzer* ini terdiri dari dua bagian utama yaitu Degasser dan Analyzer.



Gambar 3.25 Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)

Metode BET ini menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis. Ini berarti jika permukaan hanya dilapisi oleh satu molekul saja, maka molekul-molekul gas ini berada dalam kesetimbangan dalam fase uap padatan. Jika terdapat dua atau lebih lapisan, maka lapisan teratas berada pada kesetimbangan dalam fase uap padatan. Bentuk isoterm tergantung pada macam gas adsorbat, sifat adsorben dan struktur pori.

Analisa kuantitatif pada hasil BET dapat dilakukan perhitungan ukuran poros sebagai berikut berdasarkan hubungan antara nilai *interplanar spacing* hasil XRD dan isotermal nitrogen dengan menggunakan rumus di bawah ini.

$$S = b \cdot d \sqrt{\frac{\rho V_p}{1 + V_p}} \quad \dots\dots\dots(3.3)$$

Dimana: S = ukuran pori



$b = \text{constant dependent}$

$d = \text{interplanar spacing}$

$V_p = \text{volum pori}$

$\rho = \text{densitas dinding pori (untuk material yang mengandung silika} = 2.2 \text{ cm}^3 \text{ g)}$

Selain itu, dapat pula dilakukan perhitungan tebal dinding mesopori dengan rumus di bawah ini.

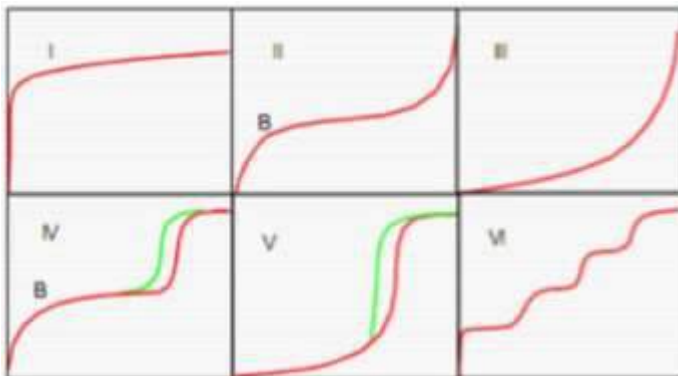
$$\text{Tebal dinding} = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}} - D_{BJH} \quad \dots\dots\dots(3.4)$$

Dimana :

$D_{BJH} = \text{diameter rata-rata poros Barret-Joyner-Halenda}$

$S_{BET} = \text{luas permukaan Brunauer-Emmet-Teller}$

$V_{total} = \text{volum total pori}$



Gambar 3.26 Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC



Berdasarkan pengujian yang dilakukan, akan didapatkan kurva isoterm adsorpsi. Kurva isoterm adsorpsi terdiri dari 6 tipe menurut IUPAC yang ditunjukkan pada Gambar 3. Keenam tipe kurva tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut.

1. Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis P/Po, merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah Po. Sedangkan pada adsorpsi fisika (fisisorpsi) mengindikasikan material mikropori. Pengisian mikropori ini dilakukan pada tekanan relatif yang rendah karena kecilnya ukuran pori dan tingginya potensi adsorpsi.
2. Tipe II adalah sangat umum dalam kasus adsorpsi fisika dan sesuai dengan pembentukan multilayer dan adsorpsi pada sampel bubuk. Biasanya terjadi pada material non-pori atau makropori. Titik belok (titik B) menunjukkan proses pada monolayer sudah selesai dan adsorpsi multilayer dimulai.
3. Tipe III berbetuk konveks terhadap aksis P/P. Tipe ini relatif jarang terjadi, sebagai contoh yaitu adsorpsi nitrogen pada polietilen, adsorpsi nitrogen pada es dan dikarakterisasi oleh panas adsorpsi yang sama atau kurang dari panas liquefaction adsorbat.
4. Tipe IV dan V sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis. Biasanya terjadi pada padatan berpori.
5. Tipe VI yaitu Highly uniform surface, Layer by layer adsorption, Stepped isotherm. Contohnya adsorpsi molekul non pori sederhana pada permukaan yang seragam (e.g. basal plane of graphite).

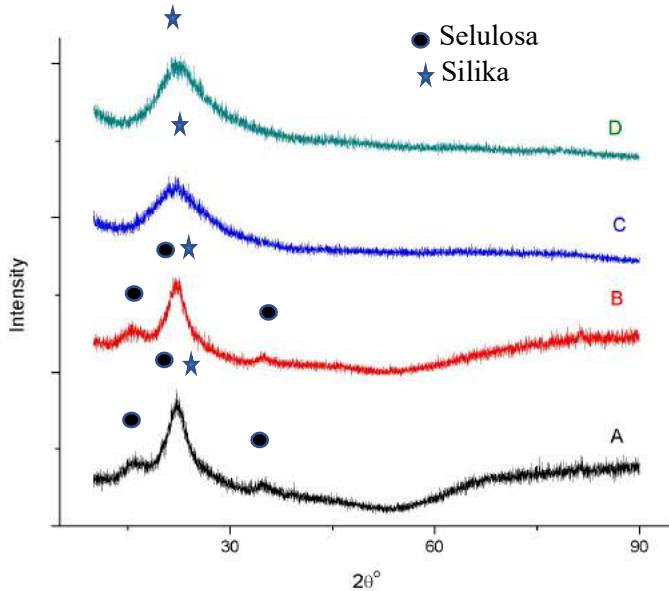


(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Uji XRD



Gambar 4.1 Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi, (B) sekam padi yang di *leaching*, (C) RHA, dan (D) silika hasil ekstraksi

Gambar 4.1 (A) menunjukkan difraktogram XRD untuk sekam padi terdapat puncak-puncak difraksi pada $2\theta = 16.5153^\circ$, 22.1727° , dan 34.6140° . Selanjutnya Gambar 4.1 B menunjukkan difraktogram XRD untuk sekam padi yang di *leaching* terdapat puncak-puncak difraksi pada $2\theta = 16.3882^\circ$, 22.6103° , dan 34.4691° . Gambar 4.1 C merupakan difraktogram XRD untuk RHA dengan puncak difraksi di $2\theta = 22.0155^\circ$. Terakhir



Gambar 4.1D adalah difraktogram XRD silika hasil ekstraksi puncak difraksi di $2\theta = 22.3659^\circ$.

Difraktogram XRD sekam padi terdapat puncak difraksi di $2\theta = 16.5153^\circ$, 22.1727° , dan 34.6140° adalah puncak difraksi untuk selulosa sesuai dengan ICDD # 00-003-0226. Pada puncak 22.1727° membentuk puncak yang lancip menunjukkan selulosa pada sekam padi memiliki struktur kristalin. Sedangkan pada puncak 16.5153° dan 34.6140° membentuk puncak yang melebar yang menandakan selulosa memiliki struktur amorf. Pada sampel sekam padi yang di leaching memiliki puncak difraksi di $2\theta = 16.3882^\circ$, 22.6103° , dan 34.4691° sesuai ICDD # 00-003-0226 puncak-puncak difraksi tersebut adalah selulosa. Puncak difraksi pada sampel sekam padi yang di leaching mengalami sedikit pergeseran 2θ . Pada $2\theta = 22.6103^\circ$ mengalami penurunan tinggi puncak dan FWHM yang lebih lebar sehingga selulosa pada sekam padi berubah strukturnya dari kristalin ke amorf. Perlakuan kimia yang dilakukan pada serat alami dapat mempengaruhi kristalinitas selulosa. Sebagai contoh, asam encer tidak berpengaruh pada domain kristal, tetapi menghancurkan wilayah amorf serat (Johar, et al., 2012). Bisa di lihat pada difraktogram XRD sekam padi yang di *leaching* (Gambar 4.1 B) terjadi penurunan grafik pada $2\theta = 60^\circ$ - 90° , hal ini akibat pengaruh penggunaan HCl sebagai acid treatment pada sekam padi.

Selain itu puncak difraksi di $2\theta = 22.1727^\circ$ pada sekam padi dan 22.6103° pada sekam padi yang di *leaching* menunjukkan puncak difraksi dari silika sesuai dengan ICDD # 00-001-0424. Puncak difraksi selulosa dan silika pada $2\theta = 22^\circ$ saling berhimpitan. Hal ini disebabkan silika organik dalam sekam padi berikatan dengan selulosa. Hal ini diperkuat dengan penjelasan Chandrasekhar, dkk (2003) bahwa silika organik didalam sekam padi memiliki ikatan yang kompleks dan terlihat berikatan dengan karbohidrat.



Sampel RHA difraktogram XRD menunjukkan grafik yang melebar (Gambar 4.1 C) dengan puncak di $2\theta = 22.0155^\circ$ sesuai ICDD # 00-001-0424 menunjukkan fasa silika dengan struktur kristal *crystalite*. Difraktogram xrd pada RHA tidak ada puncak difraksi di $2\theta = 16.5153^\circ$ dan 34.6140° . hal ini menunjukkan proses pembakaran pada temperatur 600°C efektif untuk menghilangkan selulosa dan menghasilkan silika amorf. Pada puncak difraksi di $2\theta = 22.0155^\circ$ menjadi lebih lebar dibandingkan dengan sekam padi. Perubahan lebar puncak ini dipengaruhi oleh proses pembakaran yang menyebabkan selulosa pada sekam padi terdekomposisi dan menyisakan silika amorf pada RHA.

Tabel 4.1 komposisi unsur hasil pengujian edx dari sekam padi, sekam padi yang di leaching, dan RHA

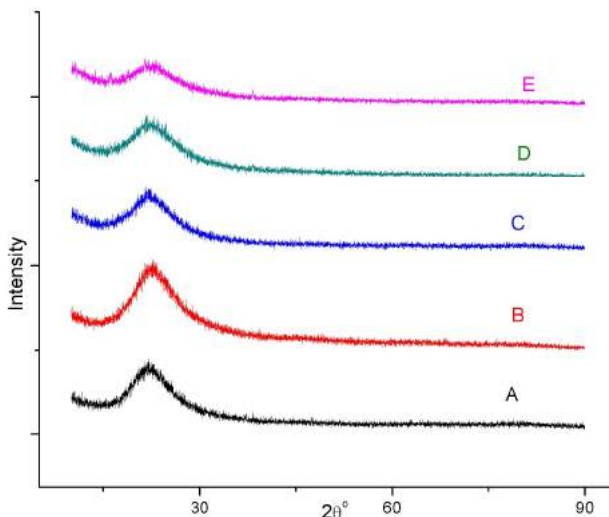
<i>Element</i>	<i>wt%</i>		
	Sekam padi	Leaching	RHA
C	12.09	08.26	-
O	30.97	42.08	44.64
Na	00.59	-	
Mg	00.52	-	-
Al	21.35	-	-
Si	31.18	49.66	55.36
Fe	03.31	-	-

Dilihat dari komposisi unsur, sekam padi mengalami perubahan setelah diberikan perlakuan *acid leaching* HCl. Data uji EDX ditampilkan pada Tabel 4.2. Data uji EDX menunjukkan sekam padi memiliki unsur penyusun berupa C, O, Na, Mg, Al, Si, dan Fe. Setelah mengalami perlakuan *acid leaching* unsur logam dalam sekam padi hilang, unsur-unsur logam bereaksi dengan HCl membentuk garam. Setelah dilakukan pencucian dengan air garam yang terbentuk akan ikut tercuci sehingga kandungan logam di sekam padi menjadi hilang. Komposisi unsur di sekam padi yang di leaching terdiri dari unsur C, O, dan Si. Tidak ada lagi unsur logam yang ada didalam sekam padi. Sehingga perlakuan acid leaching efektif untuk menghilangkan unsur-unsur logam dalam



sekam padi, berkurangnya unsur logam menyebabkan silika yang dihasilkan memiliki kemurnian yang lebih tinggi.

Dalam proses pembakaran terjadi dekomposisi pada senyawa organik. Selama proses ini grup SiO berkumpul dan membentuk fasa *cristobalite*. Hal ini ditunjukkan pada difraktogram XRD RHA (Gambar 4.1 C) yang semakin lebar dan menjadi puncak tunggal di $2\theta = 22.0155^\circ$. Menurut Della, dkk (2002) temperatur dan waktu pembakaran adalah faktor penting untuk menentukan apakah silika tetap amorf, seperti dalam RHA, atau menjadi kristal. Dari data percobaan yang telah dilakukan, pembakaran sekam padi pada temperatur 600°C dalam waktu 6 jam menghasilkan RHA yang amorf (Gambar 4.1 C). Hal ini berkorelasi dengan data EDX yang menunjukkan komposisi unsur RHA adalah Si dan O (Tabel 4.1).



Gambar 4.2 Difraktogram dari sampel (A) 1%CTAB, (B) 1.25% CTAB, (C) 1.5 % CTAB, (D) 1.75% CTAB, (E) 2% CTAB



Gambar 4.2 (A) menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel 1% CTAB dengan 2θ sebesar 22.0155° , berdasarkan PDF card ICDD # 00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*. Difraktogram XRD untuk sampel 1.25% CTAB dengan 2θ sebesar 22.8913° (Gambar 4.2 B), berdasarkan PDF card ICDD # 00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*. Difraktogram XRD untuk sampel 1.5% CTAB dengan 2θ sebesar 22.0155° (Gambar 4.2 C), berdasarkan PDF card ICDD # 00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*. Difraktogram XRD untuk sampel 1.75% CTAB dengan 2θ sebesar 21.9151° , berdasarkan PDF card ICDD # 00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*. Difraktogram XRD untuk sampel 2% CTAB dengan 2θ sebesar 21.4646° , berdasarkan PDF card ICDD # 00-001-0424 menunjukkan silika dengan fasa *crystalite*.

Puncak difraksi pada sampel penambahan CTAB 1% , 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% mengalami pergeseran 2θ yang kecil. Puncak difraksi berada pada rentang $2\theta = 21^\circ - 22^\circ$, dimana puncak tersebut masih menunjukkan fasa *crystalite*. Tinggi puncak difraksi mengalami penurunan dengan bertambahnya konsentrasi CTAB, sedangkan bertambahnya konsentrasi CTAB membuat lebar setengah puncak difraksi menjadi lebih lebar. Hal ini menunjukkan pada material silika dengan konsentrasi CTAB bertambah membuat semakin bersifat amorf.

Dalam penelitian Wanyika, dkk (2011) menyebutkan hasil *Wide angle X-ray diffraction* (WAXRD) menunjukkan puncak difraksi yang kuat dalam kisaran $2\theta = 17$ hingga 30° dengan variasi lebar puncak akibat jarak pori-pori dalam material. Sehingga dari Gambar 4.2 untuk sampel silika dengan penambahan CTAB terlihat terjadi variasi lebar puncak difraksi akibat jarak pori-pori dalam material yang berbeda. Dengan peningkatan jumlah % CTAB membuat lebar puncak difraksi yang lebih lebar.



4.2 Hasil Uji FTIR

Pada Gambar 4.3 menunjukkan spektra hasil pengujian FTIR (A) sekam padi, (B) sekam padi yang di leaching, (C) RHA, dan (D) Silika hasil ekstraksi. Gugus fungsi dari hasil pengujian FTIR untuk semua sampel ditunjukkan pada Tabel 4.2. Pada sampel sekam padi (Gambar 4.3 A) terdapat puncak dengan bilangan gelombang 456.66 cm^{-1} , 788.32 cm^{-1} , dan 1031.14 cm^{-1} merupakan pita vibrasi tekukan Si-O, pita vibrasi peregangan simetris SiO-H, dan pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si. Adanya gugus fungsi Si-O, SiO-H, dan Si-O-Si menunjukkan silika terdapat pada sekam padi.

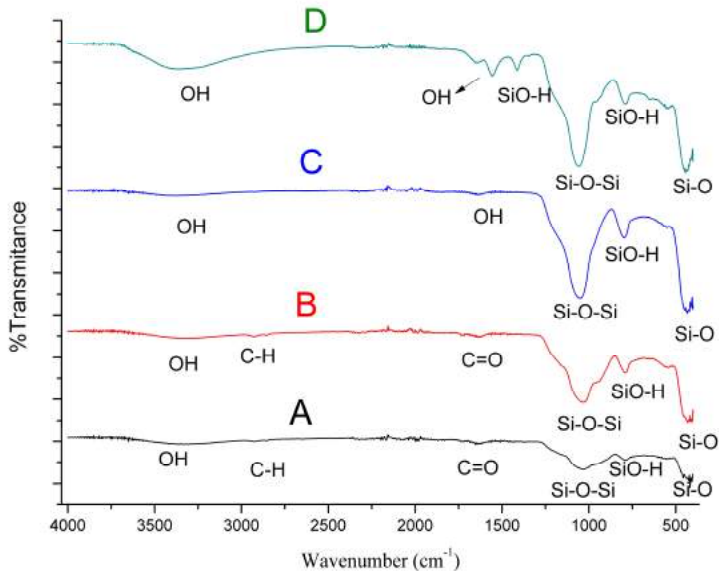
Pada gelombang 1647.91 cm^{-1} dan 2906.23 cm^{-1} merupakan pita vibrasi tekuk C=O dan pita vibrasi regangan C-H, gugus fungsi C=O dan C-H menunjukkan senyawa karbon didalam sekam padi. Dalam penelitian (Daffalla, et al., 2010) menjelaskan bahwa gugus fungsi C=O merupakan gugus fungsi aromatik didalam hemiselulosa dan lignin. Sekam padi tersusun dari senyawa organik seperti *α-cellulose*, *D-xylose*, *l-arabinose*, *D-galactose*, *Methylglucuronic*. Sesuai dengan data XRD yang menunjukkan puncak difraksi selulosa didalam sekam padi, sehingga gugus fungsi C=O dan C-H menunjukkan adanya selulosa didalam sekam padi.

Terakhir gelombang 3330.36 cm^{-1} merupakan pita vibrasi regangan -OH. Gugus fungsi -OH menunjukkan adanya air (H_2O) pada sekam padi. Menurut (Loganathan, et al., 2018) menjelaskan puncak yang diamati pada $3,144\text{ cm}^{-1}$ sesuai dengan keberadaan gugus silanol pada permukaan dan molekul air *physisorbed*.

Pada Gambar 4.3 (B) spektrum FTIR sekam padi yang di *leaching* memiliki puncak gelombang untuk pita vibrasi Si-O, SiO-H, Si-O-Si, C=O, C-H, dan -OH yang sama dengan sampel sekam padi. Hal ini menunjukkan proses *acid leaching* tidak terjadi reaksi dengan masing-masing gugus fungsi. Pada data XRD juga



menunjukkan tidak terjadi perubahan yang signifikan pada puncak difraksi selulosa.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR sampel (A) Sekam padi, (B) sekam padi yang di *leaching*, (C) RHA, dan (D) silika hasil ekstraksi

Pada spektrum FTIR sampel RHA (Gambar 4.3 C) terdapat puncak dengan bilangan gelombang 433.25 cm^{-1} , 797.66 cm^{-1} , 1049.99 cm^{-1} , 3413.86 cm^{-1} yang merupakan pita vibrasi Si-O, SiO-H, Si-O-Si dan Si-OH. Gelombang di kisaran 1600 cm^{-1} dan 2900 cm^{-1} tidak muncul. Hal ini mengindikasikan bahwa proses pembakaran telah menghilangkan senyawa karbon dari dalam sekam padi sehingga yang tersisa hanya silika amorf. Sehingga ada korelasi antara data XRD dan juga FTIR dari sekam padi hingga menjadi RHA



Tabel 4.2 Tabel gugus fungsi pada sampel sekam padi, leaching, RHA, dan silika ekstraksi

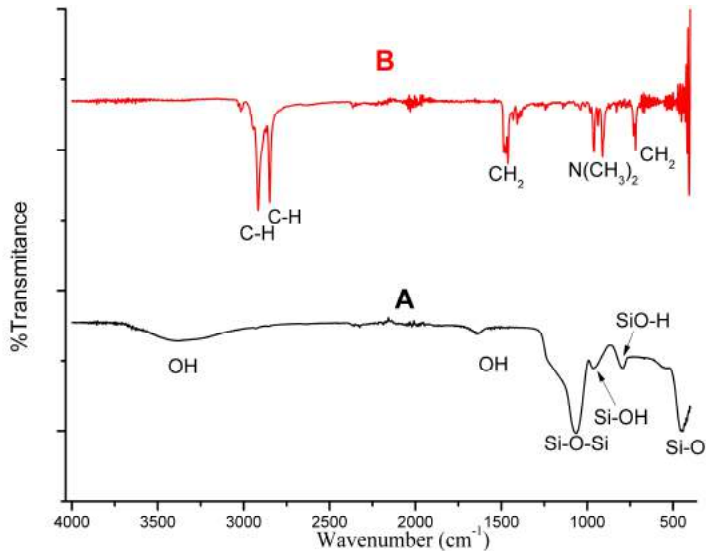
Sampel	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Gugus fungsi	Keterangan
Sekam padi	456.66	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	788.32	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1031.14	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1647.91	C=O	Pita vibrasi tekuk C=O
	2906.23	C-H	Pita vibrasi regangan C-H
	3330.36	-OH	Pita vibrasi regangan -OH
Sekam padi Leaching	433.27	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	791.45	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1033.95	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1637.10	C=O	Pita vibrasi tekuk C=O
	2900.34	C-H	Pita vibrasi regangan C-H
	3266.21	-OH	Pita vibrasi regangan -OH
RHA	433.25	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	797.66	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H
	1049.99	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si



	3413.86	-OH	Pita vibrasi regangan -OH
Silika ekstraksi	448.22	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	793.96	SiO-H	Pita vibrasi peregangannya simetris SiO-H
	1061.67	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangannya asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1412.88	SiO-H	Pita vibrasi tekuk SiO-H
	1636.93	O-H	Pita vibrasi O-H, dari air yang terabsorpsi
	3407.93	-OH	Pita vibrasi regangan -OH

Selanjutnya pada silika hasil ekstraksi memiliki spektrum FTIR (Gambar 4.3 D) 448.22 cm^{-1} merupakan pita vibrasi tekukan Si-O, 793.96 cm^{-1} pita vibrasi peregangannya simetris SiO-H, 1061.67 cm^{-1} pita vibrasi peregangannya asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si, 1412.88 cm^{-1} pita vibrasi tekuk SiO-H, 1636.93 cm^{-1} pita vibrasi O-H dari air yang terabsorpsi, dan 3407.93 cm^{-1} pita vibrasi regangan Si-OH.

Gugus fungsi dari hasil pengujian FTIR untuk sampel CTAB 1% dan CTAB disajikan di dalam Tabel 4.3. Pada grafik spektrum FTIR sampel CTAB 1% (Gambar 4.4 A) terdapat puncak dengan bilangan gelombang 456.15 cm^{-1} , 795.09 cm^{-1} , 956.95 cm^{-1} , 1070.46 cm^{-1} , 1636.71 cm^{-1} , 2015.20 cm^{-1} , dan 3388.31 cm^{-1} yang merupakan pita vibrasi Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, Si-H, dan Si-OH. Sedangkan untuk spektrum FTIR CTAB (Gambar 4.4 B) yang memiliki puncak dengan bilangan gelombang 418.59 cm^{-1} , 718.79 cm^{-1} , 730.16 cm^{-1} , 911.15 cm^{-1} , 960.31 cm^{-1} , 1461.89 cm^{-1} , 1472.87 cm^{-1} , 2848.39 cm^{-1} , dan 2915.75 cm^{-1} .



Gambar 4.4 Spektrum FTIR sampel (A) CTAB 1%, (B) CTAB

Terlihat pada grafik spektrum untuk sampel CTAB 1% tidak muncul puncak gelombang dengan pita vibrasi gugus $-\text{CH}_2-$, $\text{N}(\text{CH}_3)_2$, $-\text{CH}-$. Hal ini menunjukkan proses reflux *acid methanol* mampu menghilangkan CTAB sebagai kerangka pembentuk mesopori silika. Dengan hilangnya CTAB maka akan meninggalkan pori pada struktur material silika.

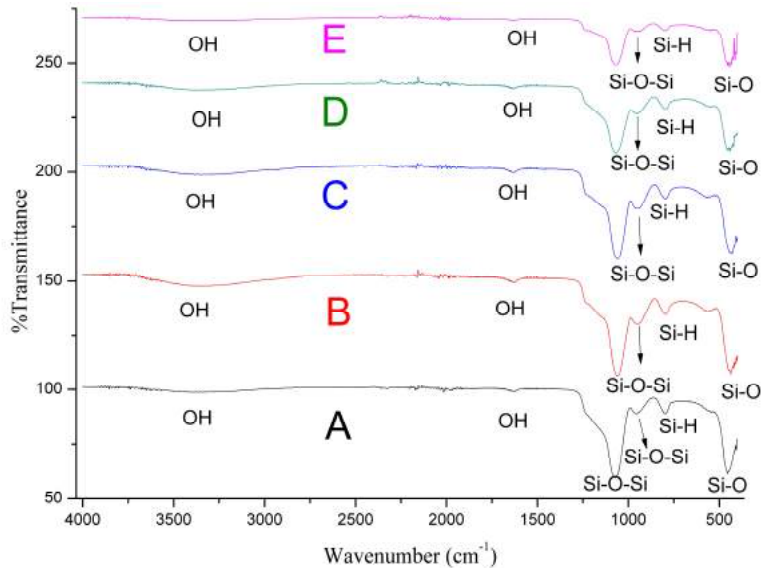
Tabel 4.3 Tabel gugus fungsi pada sampel CTAB 1% dan CTAB

Sampel	Bilangan gelombang (cm-1)	Gugus fungsi	Keterangan
CTAB 1%	456.15	Si-O	Pita vibrasi tekukan Si-O
	795.09	SiO-H	Pita vibrasi peregangan simetris SiO-H



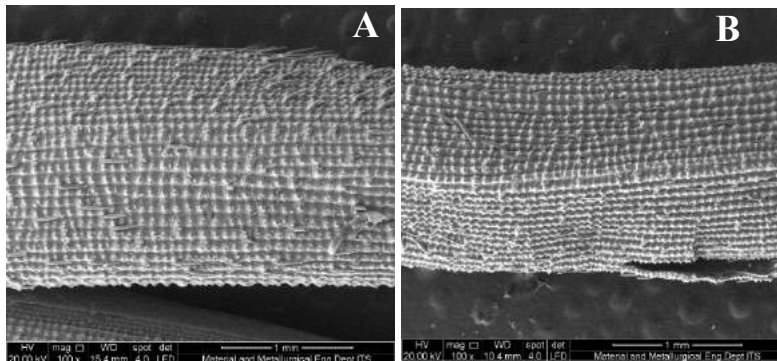
	956.95	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1070.46	Si-O-Si	Pita vibrasi peregangan asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1636.71	-OH	Pita vibrasi -OH, dari air yang terabsorpsi
	2015.20	-Si-H	Pita vibrasi regangan -Si-H
	3388.31	-OH	Pita vibrasi regangan -Si-OH
CTAB	418.59	-CH ₂ -	Pita vibrasi -CH ₂ -
	718.79	-CH ₂ -	Pita vibrasi -CH ₂ -
	730.16	-CH ₂ -	Pita vibrasi -CH ₂ -
	911.15	N(CH ₃) ₂	Pita vibrasi N(CH ₃) ₂
	960.31	N(CH ₃) ₂	Pita vibrasi N(CH ₃) ₂
	1461.89	-CH ₂ -	Pita vibrasi -CH ₂ -
	1472.87	-CH ₂ -	Pita vibrasi -CH ₂ -
	2848.39	-CH-	Pita vibrasi -CH-
	2915.75	-CH-	Pita vibrasi -CH-

Selanjutnya spektrum hasil pengujian FTIR pada sampel 1% CTAB, 1.25% CTAB, 1.5% CTAB, 1.75% CTAB, dan 2% CTAB ditunjukkan pada Gambar 4.5. Hasil spektrum FTIR dari kelima sampel memiliki puncak dengan bilangan gelombang yang hampir sama yaitu 450 cm⁻¹, 790 cm⁻¹, 950 cm⁻¹, 1070 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 2000 cm⁻¹, dan 3400 cm⁻¹. Bilangan gelombang teraebut merupakan pita vibrasi dari Si-O, SiO-H, Si-O-Si, -OH, Si-H, dan Si-OH. Dari kelima sampel tidak muncul peak untuk pita vibrasi gugus fungsi dari CTAB, hal ini menunjukkan pada sampel tidak terdapat CTAB setelah proses reflux *acid methanol*.



Gambar 4.5 Spektrum FTIR sampel (A) 1%CTAB, (B) 1.25% CTAB, (C) 1.5 % CTAB, (D) 1.75% CTAB, (E) 2% CTAB

4.3 Pengujian Mikroskop Elektron

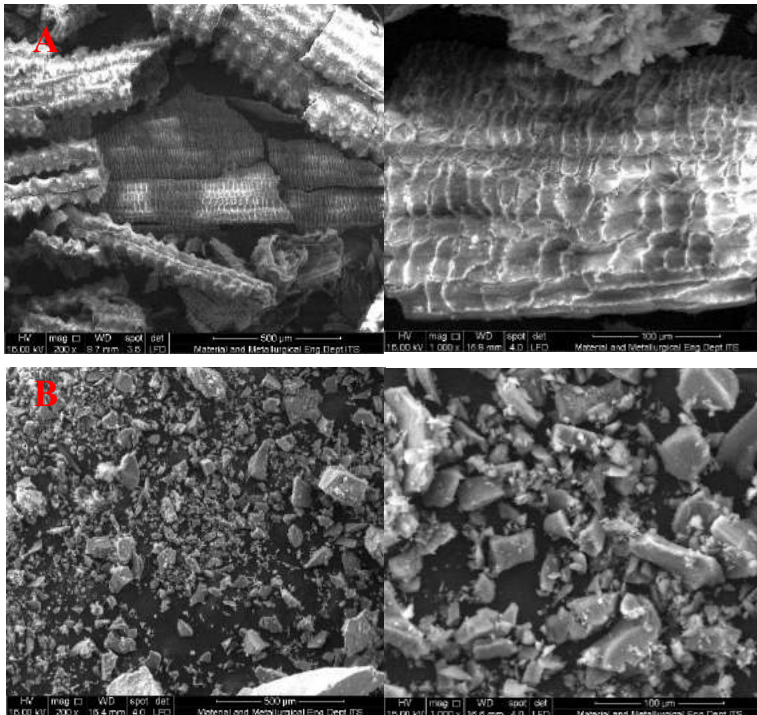


Gambar 4. 6 Hasil uji SEM dari(A) sekam padi, (B) sekam padi yang di *leaching*, perbesaran 100x



Hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 4.6 A sampel sekam padi dan Gambar 4.6 B sampel sekam padi yang di *leaching*. Pengambilan gambar menggunakan perbesaran 200x menunjukkan morfologi permukaan luar dari sekam padi yang tidak di *leaching* dan *leaching* HCl encer. Gambar 4.6 A menunjukkan sekam padi tersusun dari tonjolan linier dan rambut halus yang tersebar dipermukaannya. Permukaan sekam padi tidak rata dan sangat kasar dengan bintik-bintik kecil yang menyebar merata diseluruh permukaan sekam padi. Gambar 4.6 B menunjukkan sekam padi yang di *leaching* rambut halus yang tersebar dipermukaannya sudah berkurang. Kemudian terlihat bintik-bintik kecil di permukaan sekam padi berkurnag dan permukaan yang lebih halus. Proses *leaching* asam menyebabkan terdegradasinya sebagian permukaan sekam padi, sehingga permukaan sekam padi lebih halus dan rambut halus pada permukaannya berkurang. Menurut Bakara, dkk (2016) permukaan dari sekam padi yang tidak di *leaching* memiliki tingkat kekasaran yang lebih besar dari pada permukaan yang telah tercuci dengan asam encer, karena hidrolisis beberapa komponen organik oleh asam.

Selanjutnya pada Gambar 4.7 A merupakan hasil SEM abu sekam padi (Rice Husk Ash), dimana pembakaran dilakukan pada temperatur 600°C selama 6 jam didalam furnace. RHA berwarna putih dan rapuh. Terlihat dari hasil SEM dengan perbesaran 200x struktur dari RHA masih mirip dengan sekam padi. Pada perbesaran 1000x permukaan RHA terlihat kasar dan bergelombang. Selain itu terdapat rongga-rongga yang tersebar pada permukaan RHA. Rongga tersebut terbentuk akibat proses pembakaran, sehingga bahan organik seperti selulosa terdekomposisi dan terbentuk rongga serta permukaan yang kasar dan bergelombang.



Gambar 4. 7 Hasil uji SEM dari (A) RHA, dan (B) silika hasil ekstraksi perbesaran 100x dan 1000x

Dari RHA kemudian dilakukan proses sol-gel untuk menghasilkan silika murni. Pada gambar 4.7 B SEM dari silika hasil ekstraksi memiliki bentuk partikel yang tidak beraturan. Terlihat masih ada partikel yang berukuran besar. Permukaan partikel silika terlihat halus dan memiliki bentuk yang padat. Sedangkan bentuk partikelnya ada yang seperti serpihan-serpihan dengan ujung-ujung partikelnya terlihat runcing serta partikel yang berbentuk balok.

Dari Gambar 4.7 bisa diketahui bahwa struktur silika mengalami perubahan. Silika dari RHA yang memiliki struktur rapuh dan memiliki permukaan kasar dan bergelombang,

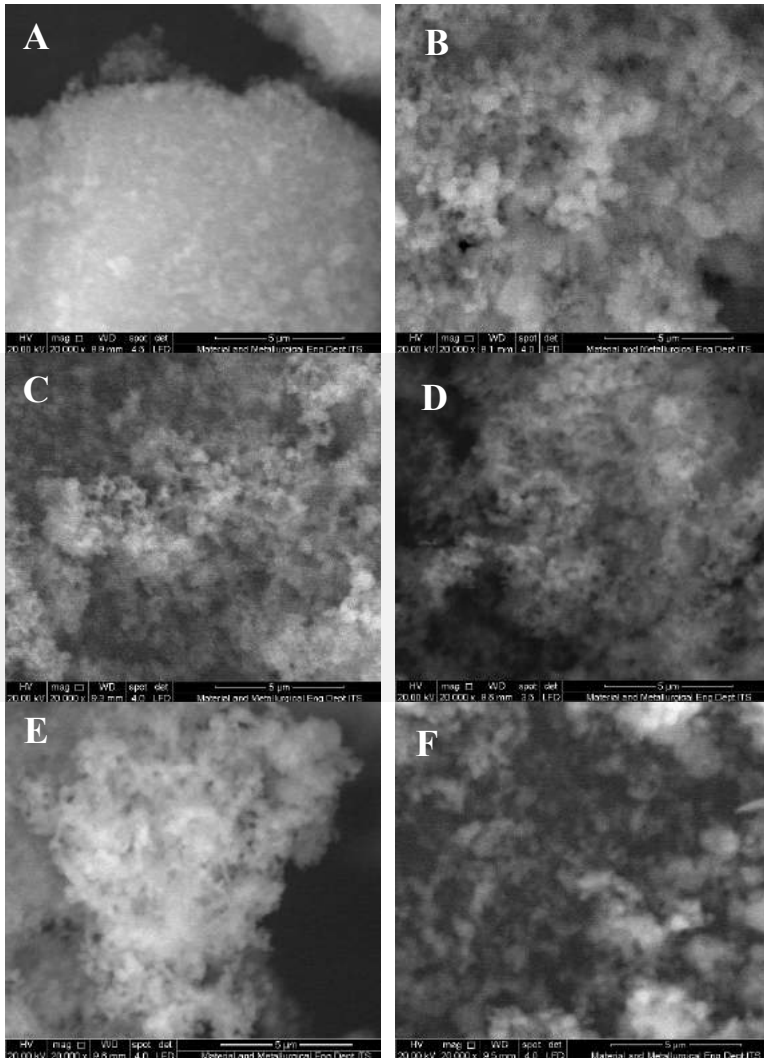


sedangkan pada silika hasil ekstraksi memiliki struktur yang padat dan permukaan yang halus dan rata. Proses sol-gel menyebabkan perubahan struktur pada silika. Silika pada RHA memiliki struktur yang sama dengan sekam padi akibat dekomposisi senyawa organik. Saat proses sol-gel, partikel silika membentuk struktur hidrogel yang kemudian dilakukan proses *drying* untuk menghilangkan air dan memperoleh silika padatan (Liou, 2004).

Pada pengujian SEM untuk sampel Silika, CTAB 1%. CTAB 1.25%, CTAB 1.5%, CTAB 1.75%, dan CTAB 2% didapatkan hasil seperti pada Gambar 4.7 dengan perbesaran 20000x. Gambar 4.8 (A) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika tanpa penambahan CTAB. Pada partikel silika tanpa penambahan CTAB terdapat partikel-partikel kecil yang melekat pada permukaan silika sehingga permukaannya terlihat kasar. Ukuran dari partikel silika antara 3 μm sampai 50 μm . Partikel silika memiliki struktur yang padat dengan bentuk yang tidak beraturan.

Gambar 4.8 (B) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan penambahan CTAB 1%. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul seperti terumbu karang. Partikel silika memiliki ukuran dari yang terkecil 476 nm dan yang terbesar 627 nm. Sedangkan ukuran rata-rata partikelnya 482 nm.

Gambar 4.8 (C) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan penambahan CTAB 1.25%. Silika hasil sintesis terlihat memiliki struktur yang sama dengan silika penambahan CTAB 1%. Memiliki bentuk seperti bunga karang yang tersusun dari partikel-partikel kecil. Partikel silika memiliki ukuran dari yang terkecil 343 nm dan yang terbesar 542 nm. Ukuran rata-rata partikelnya 445 nm.



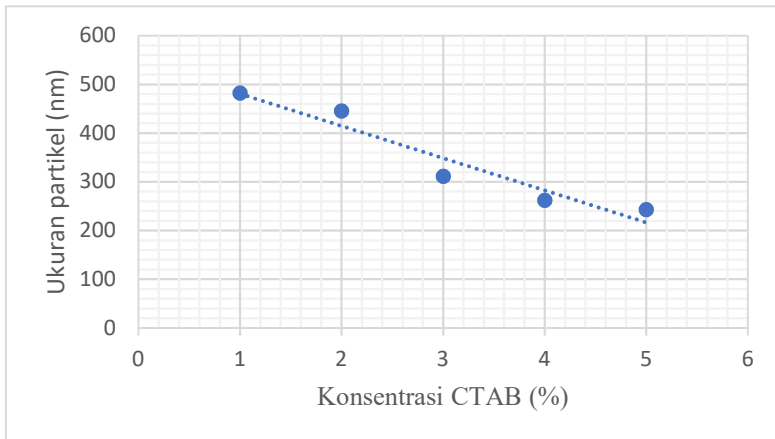
Gambar 4. 8 Hasil uji SEM dari (A) Silika tanpa penambahan CTAB, (B) CTAB 1%, (C) CTAB 1.25%, dan (D) CTAB 1.5%,(E) CTAB 1.75%, dan (F) CTAB 2% perbesaran 20000x



Gambar 4.8 (D) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan penambahan CTAB 1.5%. Silika hasil sintesis terlihat memiliki struktur seperti bunga karang yang tersusun dari partikel-partikel kecil. Partikel silika memiliki ukuran dari yang terkecil 234 nm dan yang terbesar 431 nm. Ukuran rata-rata partikelnya 311 nm.

Gambar 4.8 (E) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan penambahan CTAB 1.75%. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul seperti terumbu karang. Partikel silika memiliki ukuran dari yang terkecil 233 nm dan yang terbesar 358 nm. Sedangkan ukuran rata-rata partikelnya 262 nm.

Terakhir Gambar 4.8 (F) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan penambahan CTAB 2%. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul seperti terumbu karang. Tetapi terdapat partikel-partikel kecil yang terpisah atau tidak mengumpul. Partikel silika memiliki ukuran dari yang terkecil 214 nm dan yang terbesar 302 nm. Sedangkan ukuran rata-rata partikelnya 243 nm.



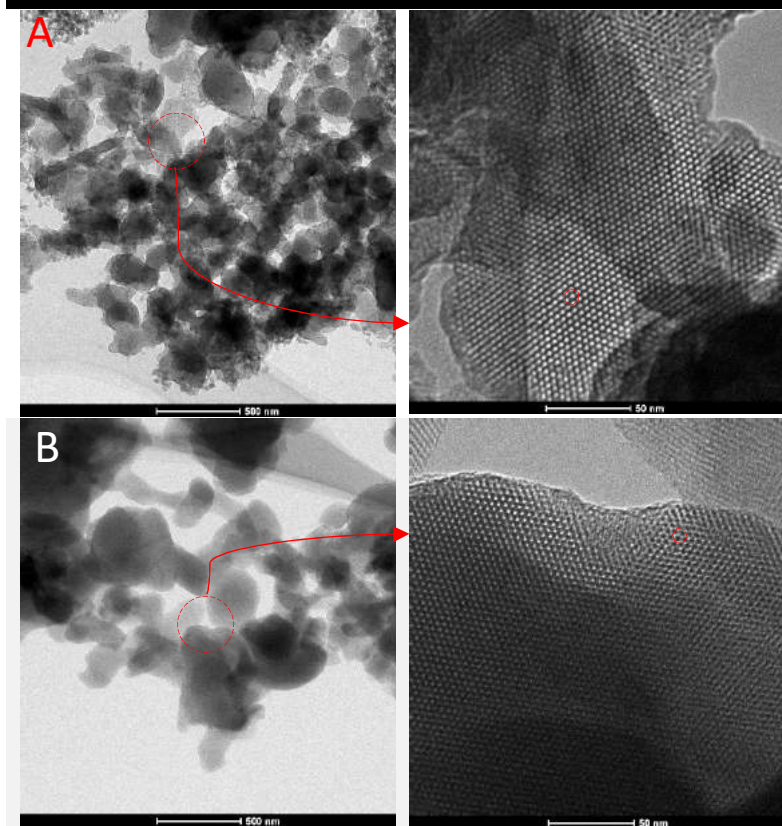
Gambar 4.9 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap ukuran partikel mesopori silika



Gambar 4.9 menunjukkan grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap ukuran partikel mesopori silika. Dari grafik diatas diketahui grafik berbentuk linier, dimana dengan bertambahnya konsentrasi CTAB ukuran partikel silika semakin kecil. Bertambahnya konsentrasi CTAB menyebabkan terbentuknya struktur micelle yang lebih banyak, sehingga ikatan yang terjadi antara silika dengan surfaktan juga ikut bertambah. Sedangkan pada konsentrasi CTAB yang lebih rendah silika yang tidak berikatan dengan surfaktan akan berikatan dengan gugus Si-O-Si yang menyebabkan ukuran silika semakin besar. Zhao, dkk (2012) menjelaskan mekanisme pembentukan mesopori material, dimana pada bagian gugus $R_n-N^+(R)_3$ akan berikatan dengan silika pada seluruh permukaannya. Selanjutnya silika akan membentuk rantai panjang Si-O-Si yang akan menjadi sebuah partikel.

Selanjutnya untuk mengetahui morfologi dari pori yang terbentuk pada silika digunakan pengujian TEM, data pengujian TEM ditunjukkan pada Gambar 4.10. Gambar 4.10 A menunjukkan hasil TEM dari silika dengan penambahan 1% CTAB. dan Gambar 4.10 B menunjukkan Hasil TEM dari silika dengan penambahan CTAB 1.25%.

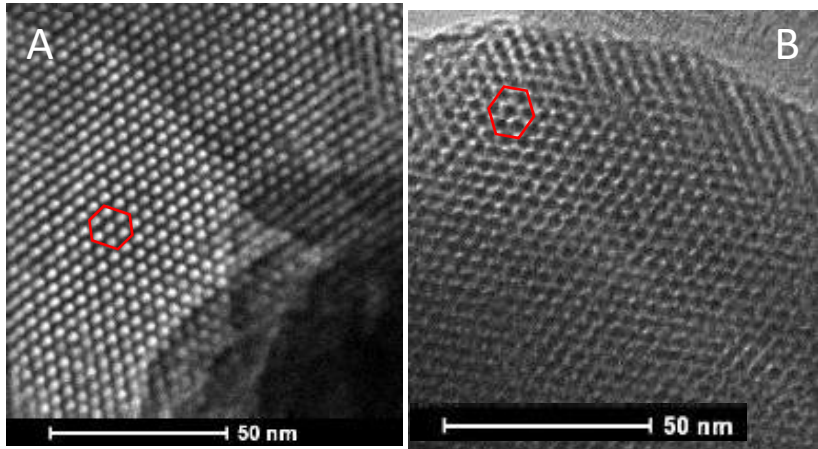
Hasil pengujian TEM pada sampel silika dengan penambahan 1% CTAB menunjukkan struktur partikel yang tidak beraturan. Gambar 4.10 A (kanan) menunjukkan adanya pori-pori yang tersebar pada permukaan silika. Pori-pori pada permukaan silika membuat susunan heksagonal atau persegi enam. Susunan pori pada mesopori silika MCM-41 berbentuk heksagonal (Gambar 4.11 A), sehingga pada penambahan 1% CTAB membentuk mesopori silika MCM-41. Pori-porinya memiliki ukuran 3.58 nm, material mesopori adalah material dengan ukuran pori 2 sampai 50 nm. Sehingga pada silika dengan penambahan 1% CTAB termasuk kedalam mesopori material. Ukuran partikel paling kecilnya adalah 27.3 nm dan yang paling besar adalah 131.4 nm, sehingga ukuran partikel rata-ratanya 79.35 nm.



Gambar 4.10 Hasil uji TEM dari (A) 1% dan (B) 1.25% CTAB

Pada hasil pengujian TEM sampel silika dengan penambahan 1.25% CTAB menunjukkan menunjukkan struktur partikel yang tidak beraturan. Gambar 4.10 B (kanan) menunjukkan adanya pori-pori yang tersebar pada permukaan silika. Pori-pori yang terbentuk memiliki susunan yang sama pada sampel 1% CTAB yaitu membentuk susunan heksagonal (Gambar 4.11 B). Sehingga silika dengan penambahan 1.25% CTAB membentuk silika MCM-41. Ukuran pori-porinya yaitu 3.13 nm, sehingga termasuk silika mesopori. Ukuran partikel paling kecilnya adalah

59.3 nm dan yang paling besar adalah 113.9 nm, sehingga ukuran partikel rata-ratanya adalah 86.6 nm.



Gambar 4.11 Gambar bentuk heksagonal susunan pori (A) CTAB 1%, (B) CTAB 1.25%

4.4 Hasil Uji *Nitrogen Adsorption-desorption Isotherms*

Hasil uji *nitrogen adsorption-desorption isotherms* pada sampel SiO_2 dengan penambahan 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% CTAB ditunjukkan pada tabel 4.6.

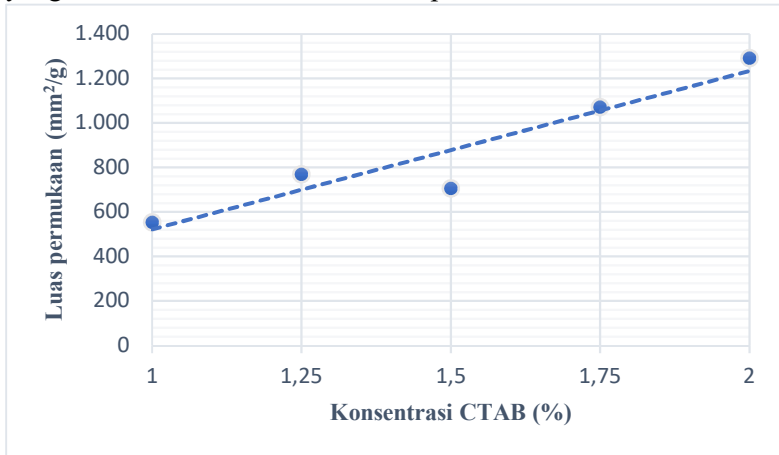
Tabel 4.4 Data luas permukaan, ukuran pori rata-rata, dan total volume pori dari sampel silika dengan penambahan 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% CTAB

No	Sampel	Luas permukaan (m^2/g)	Ukuran diameter pori rata-rata (nm)	Total volume pori (cc/g)
1	1%	552.429	7.58248	1.047
2	1.25%	768.947	6.07107	1.167
3	1.5%	705.501	5.81420	1.025
4	1.75%	1071.401	5.69372	1.525
5	2%	1291.436	4.95764	1.601

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Data luas permukaan pada sampel penambahan CTAB 1% , 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% mengalami peningkatan kecuali pada sampel 1.5% mengalami sedikit penurunan. Konsentrasi CTAB yang bertambah membuat jumlah template yang terbentuk semakin banyak sehingga jumlah pori yang terbentuk juga meningkat. Dalam penelitian Yun-yu, dkk (2012) menunjukkan dengan bertambahnya konsentrasi CTAB akan meningkatkan luas permukaan dari mesopori silika yang dihasilkan. Dari data luas permukaan menunjukkan kesesuaian dengan penelitian Yun-yu, karena dengan penambahan konsentrasi CTAB memiliki kecenderungan meningkatkan luas permukaan dari silika mesopori yang dihasilkan. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 4.12.

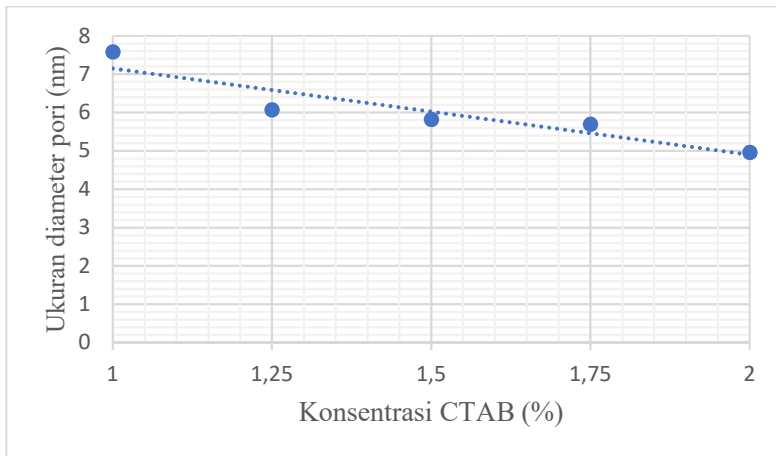


Gambar 4.12 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap luas permukaan mesopori silika

Data ukuran diameter pori rata-rata pada sampel penambahan CTAB 1% , 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% mengalami penurunan. Diameter pori yang semakin kecil disebabkan bertambahnya jumlah micelle yang terbentuk sehingga terjadi saling himpit antar struktur. Didukung pada penelitian Vazquez, dkk (2017) dengan penambahan konsentrasi CTAB menunjukkan berkurangnya ukuran pori tetapi meningkatkan luas permukaan



dari mesopori silika. Dari data menunjukan bertambahnya konsentrasi CTAB akan menyebabkan ukuran diameter pori semakin kecil pada mesopori silika yang dihasilkan. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 4.13

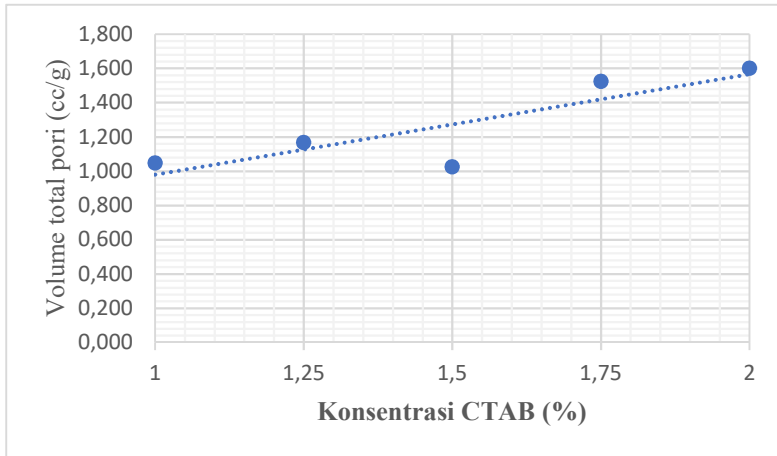


Gambar 4.13 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap ukuran diameter pori rata-rata mesopori silika

Data volume total pori pada sampel penambahan CTAB 1% , 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% mengalami peningkatan. Kecuali pada sampel 1.5% mengalami penurunan dibandingkan sampel 1.25%. Berdasarkan penelitian Vazquez, dkk (2017) penambahan konsentrasi CTAB akan meningkatkan volume total pori dari mesopori silika hasil sintesis. Dibandingkan dengan data volume total pori memiliki kesamaan, dimana dengan meningkatnya konsentrasi CTAB membuat volume total pori akan bertambah. Hubungan pengaruh konsentrasi dan volume pori dapat dilihat pada Gambar 4.14. Total volume pori dipengaruhi oleh jumlah pori yang terbentuk. Dengan bertambahnya konsentrasi

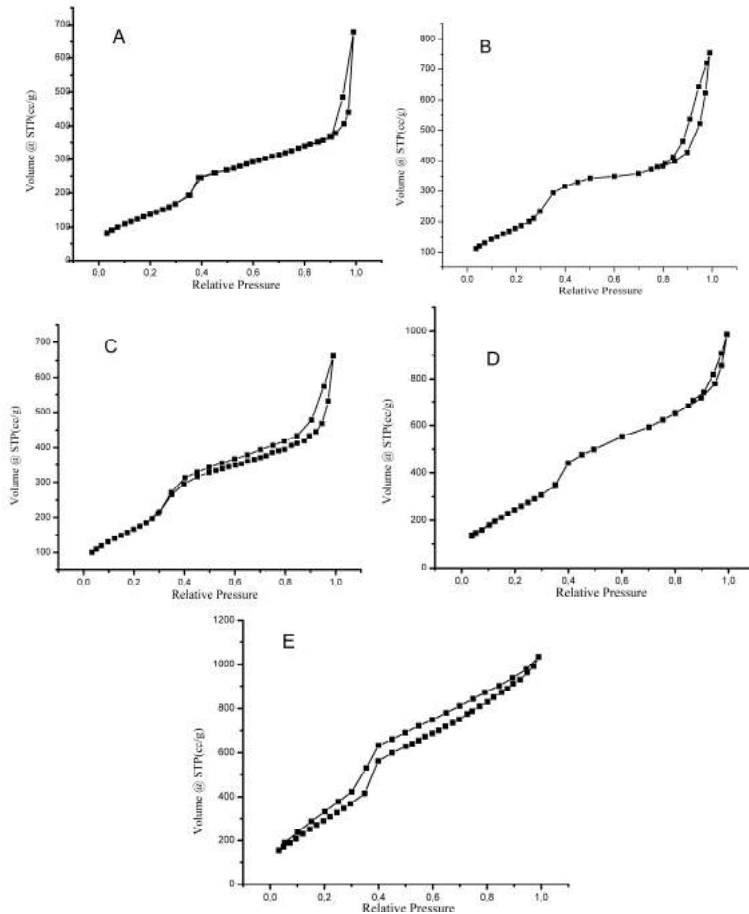


CTAB maka jumlah pori yang terbentuk juga akan semakin banyak sehingga volume total porinya semakin besar.

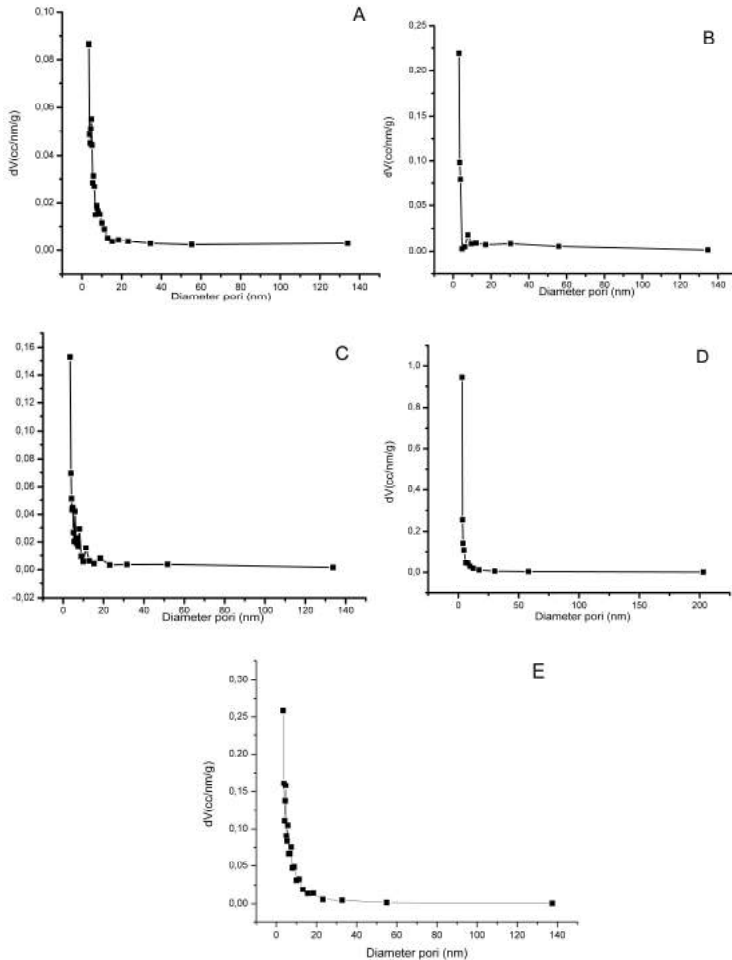


Gambar 4.14 Grafik pengaruh konsentrasi CTAB terhadap volume total pori mesopori silika

Kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* pada sampel SiO_2 dengan penambahan 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% CTAB ditunjukkan pada Gambar 4.15. Dari kelima kurva memiliki bentuk mirip dengan kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* IUPAC tipe IV. Kurva tipe IV sesuai untuk fenomena kondensai kapiler dan menunjukkan efek histerisis, hal ini merupakan ciri khas dari padatan berpori. Hal ini didukung pada hasil uji TEM yang menunjukkan adanya struktur pori pada permukaan silika. Selain itu kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* memiliki kemiripan dengan hasil penelitian Yun-yu, dkk (2012), kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* juga bertipe IV, dimana terjadi efek histerisis pada $p/p_0 = 0.2-0.4$.



Gambar 4.15 Kurva *nitrogen adsorption-desorption isotherms* pada sampel SiO_2 dengan penambahan (A) 1%, (B) 1.25%, (C) 1.5%, (D) 1.75%, dan (E) 2% CTAB



Gambar 4.16 Kurva persebaran ukuran pori (BJH adsorption) pada sampel A. 1%, B. 1.25%, C. 1.5%, D. 1.75%, dan E. 2% CTAB

Gambar 4.16 menunjukan kurva persebaran ukuran pori (BJH adsorption) dari sampel A. 1%, B. 1.25%, C. 1.5%, D. 1.75%,



dan E. 2% CTAB. Pada sampel 1% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3.4178 nm. Sedangkan pada sampel 1.25% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3.0517 nm. Untuk sampel 1.5% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3.4098 nm. Sampel 1.75% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3.0552 nm. Dan sampel 2% CTAB persebaran ukuran porinya paling tinggi pada diameter pori 3.0664 nm.

Dari data menunjukan kelima sampel memiliki persebaran ukuran pori paling tinggi pada diameter 3 nm. Hal ini menunjukan pada material mesopori yang dihasilkan ukuran porinya seragam pada diameter 3 nm. Penambahan surfaktan CTAB menyebabkan terbentuk pori yang lebih seragam. Mokaya (2003) menjelaskan mesopori silika tipe MCM-41 memiliki ukuran pori dan bentuk pori yang seragam. Hal disebabkan oleh penggunaan surfaktan sebagai pembentuk pori pada material. Panjang dari rantai surfaktan berpengaruh terhadap ukuran pori. Sehingga dengan penggunaan 1 jenis surfaktan akan memberikan ukuran pori yang seragam.

Hasil BET luas permukaan paling tinggi ditunjukan pada sampel dengan penambahan 2% CTAB yang memiliki luas $1291.436 \text{ m}^2/\text{g}$, dengan ukuran diameter porinya adalah 4.95764 nm dan volume total porinya yaitu 1.601 cc/g . Dibandingkan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Ghorbani, dkk (2013) menunjukan mesopori hasil sintesis memiliki luas permukaan $1174 \text{ m}^2/\text{g}$, dengan ukuran diameter pori 4.1 nm dan volume total pori 0.98 cc/g . Luas permukaan sampel 2% CTAB lebih tinggi dari pada luas permukaan hasil penelitian ghorbani. Selain itu ukuran pori dan juga volume total pori sampel 2% CTAB lebih besar juga. Hal ini menunjukan penggunaan konsentrasi CTAB 2% mampu menghasilkan mesopori silika dengan luas permukaan yang tinggi dan volume total pori yang besar.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data dan pembahasan yang diuraikan, maka penelitian ini dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Pengaruh dari konsentrasi CTAB terhadap mesopori silika MCM-41 yang terbentuk adalah ukuran partikel mesopori silika semakin kecil seiring dengan meningkatnya konsentrasi CTAB. Selain itu luas permukaan dan volume total pori pada mesopori silika juga bertambah seiring dengan meningkatnya konsentrasi CTAB. Sedangkan pada ukuran rata-rata porinya menjadi semakin kecil.
2. Karakteristik dari mesopori silika MCM-41 hasil sintesis dengan variabel konsentrasi 1%, 1.25%, 1.5%, 1.75%, dan 2% memiliki struktur kristal amorf. Mesopori silika hasil sintesis tersusun dari gugus fungsi Si-O-Si, Si-OH, Si-H, dan OH. Partikel mesopori silika membentuk struktur seperti terumbu karang dengan ukuran partikel paling kecil 243 nm. Pori-pori pada mesopori silika membentuk susunan heksagonal. Pada sampel 2% CTAB luas permukaannya paling tinggi yaitu 1291.436 m²/g, ukuran diameter pori rata-rata 4.95764 nm, dan volume pori total adalah 1.601 cc/g

5.2 Saran

Dari pembahasan dan kesimpulan yang didapatkan, maka penulis merekomendasikan beberapa hal sebagai berikut:

1. Masih perlunya dilakukan penelitian tentang pengaruh, lama waktu *aging*, kondisi pH, dan lama proses hidrotermal.
2. Dalam proses sintesis sebaiknya lama proses aging dijaga tetap sama.
3. Selama proses pencucian gel sebaiknya kertas saring dilapis 2 karena banyaknya mesopori yang ikut terbuang.



-
4. Perlunya dilakukan pengujian SAXS untuk membantu identifikasi struktur mesopori silika MCM-41. Karena penggunaan XRD tidak bisa menunjukkan difaksi dari MCM-41..
 5. Menjaga kebersihan alat-alat agar tidak tercampur dengan bahan-bahan lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfaruqi, M. H. (2008). Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15. Depok : Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Bakar, R. A., Yahya, R., & Gana, S. N. (2016). Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry*, 19, 189-195.
- Bakara, R. A., Yahyaa, R. & Gan, S. N., 2016. Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. *Procedia Chemistry* , Volume 19, p. 189 – 195.
- Bhagiyalakshmi, M., Yun, L. J., Anuradha, R., & TaeJang, H. (2010). Utilization of rice husk ash as silica source for the synthesis of mesoporous silicas and their application to CO₂ adsorption through TREN/TEPA grafting. *Journal of Hazardous Materials*, 928-938.
- Cai, Q., Lin, W.-Y., Xiao, F., Pang, W., Chen, X., & Zou, B. (1999). The preparation of highly ordered MCM-41 with extremely low surfactant concentration. *Microporous and Mesoporous Materials*, 1-15.
- Cestari, A., Vieira, E., Simoni, J., & Airoidi, C. (2000). Thermochemical Investigation on the Adsorption of Some Divalent Cations on Modified Silicas obtained from Sol-Gel Process. *Thermochimica Acta*, 25-31.
- Chandrasekhar, S., Pramada, P., & Majeed, J. (2006). Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash . *J Mater Sci*;41:79, 26–33.

- Chandrasekhar, S., Satyanarayana, K. G., aA, P. N., 2003. Processing, properties and applications of reactive silica from rice husk—an overview. *JOURNAL OF Materials Science*, Volume 38, p. 3159 – 3168.
- Daffalla, S., Mukhtar, H. & Shaharun, M., 2010. Characterization of Adsorbent Developed from Rice Husk: Effect of Surface Functional Group on Phenol Adsorption. *Journal of Applied Sciences*, Volume 10, pp. 1060-1067.
- Danarto, Y.C., Nur, A., Setiawan, D.P., dan Kuncoro, N.D. (2010). Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Struktur Supermikroporous Carbon. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*. Yogyakarta. Hal. 1-2.
- Della, V., Kuhn, I. & Hotza, D., 2002. Rice husk ash as an alternate source for active silica production. *Materials Letters* , Volume 57, p. 818–821.
- Ehrlich, H., Demadis, K., Pokrovsky, O., & Koutsoukos, P. (2010). Modern views on desilicification: biosilica and abiotic silica dissolution in natural and artificial environments. *Chem Rev* ;110:46, 56–89.
- Ghorbani, F., Younesi, H., Mehraban, Z., & Celik, M. S. (2013). Preparation and characterization of highly pure silica from sedge as agricultural. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 821–828.
- Hao, N., Li, L., & Tang, F. (2016). Shape matters when engineering mesoporous silica-based nanomedicines. *Biomater. Sci*, 575-591.

- Jambhrunkar, S., Yu, M., Yang, J., Zhang, J., Shrotri, A., Endo-Munoz, L., Yu, C. (2013). Step wise Pore Size Reduction of Ordered Nanoporous Silica Materials at Angstrom Precision. Brisbane: American Chemical Society.
- Jambhrunkar, S., Yu, M., Yang, J., Zhang, J., Shrotri, A., Endo-Munoz, L., Yu, C. (2013). Stepwise pore size reduction of ordered nanoporous silica materials at angstrom precision. *Journal of the American Chemical Society*, 8444-8447.
- Johar, N., Ahmad, I. & Dufresne, A., 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1), pp. 93-99.
- Jones, T. (2000). *Silicon*. US: Geological Survey Minerals Yearbook.
- Kalapathy, U., Proctor, A. & Shultz, J., 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Bioresource Technology*, Volume 73, pp. 257-262.
- Kirk, R., & Othmer. (1984). *Encyclopedia of Chemical Technology*. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Kordatosa, K., Gavelaa, S., tziounia, A., Pistiolasb, K., V, A. K., & Rigopoulou, K. (2008). Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. *Microporous and Mesoporous Materials*, 189-196.
- Kresge, C., Leonowicz, M., Roth, W., Vartuli, J., & Beck, J. (1992). Ordered mesoporous molecular sieves synthesized by a liquid-crystal template mechanism. *Nature* 359, 710–712.

- Kumar, S., Malik, M., & Purohit, R. (2007). Synthesis Methods of Mesoporous Silica Materials. 5th International Conference of Materials Processing and Characterization, 350-357.
- Laudise, R. A. (1987). Hydrothermal Synthesis of Crystals. Chem. Eng. News, 30–43.
- Levy, D., & Zayat, M. (2015). The Sol-Gel Handbook. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Li, Z., Shi, T., Guo, L., 2010. Preparation and morphology of porous SiO₂ ceramics derived from fir flour templates. J. Serb. Chem. Soc., 75(3), p. 385–394.
- Libermana, A., Mendeza, N., Troglerb, W. C., & Kummel, A. C. (2014). Synthesis and surface functionalization of silica nanoparticles for nanomedicine. Surface Science Reports 69, 132158.
- Liou, T.-H., 2004. Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk. Materials Science and Engineering , Volume A364, p. 313–323.
- Loganathan, S., Kumar, K. & Ghoshal, A. K., 2018. Fabrication of Mesoporous Silica MCM-41 Via Sol-Gel and Hydrothermal Methods for Amine Grafting and CO₂ Capture Application. Urban Ecology, Water Quality and Climate Change, Water Science and Technology Library, Volume 84, pp. 341-349.
- Mekaru, H., Lu, J., & Tamanoi, F. (2015). Development of mesoporous silica-based nanoparticles with controlled. Advanced Drug Delivery Reviews, 40–49.
- Mohseni, M., Gilani, K., & Mortazavi, S. (2015). Preparation and characterization of rifampin loaded mesoporous silica

- nanoparticles as a potential system for pulmonary drug delivery. *Iran. J. Pharm. Res*, 27-34.
- Moritz, M., & Geszke-Moritz, M. (2015). Review Mesoporous materials as multifunctional tools in biosciences: Principles and applications. *Materials Science and Engineering C* 49, 114–151.
- Nairi, V., Medda, L., Monduzzi, M., & Salis, A. (2017). Adsorption and release of ampicillin antibiotic from ordered mesoporous silica. *Journal of Colloid and Interface Science*, 217-225.
- Nurhayati, A., Purwaningsih, H. & susanti, D., 2017. analisa pengaruh cethyltrimethyl amonium brominde sebagai template terhadap pembentukan silika nanopartikel mesopori dari sekam padi, Surabaya: ITS.
- Park, B.-D. et al., 2003. Characterization of anatomical features and silica distribution in rice husk using microscopic and micro-analytical techniques. *Biomass and Bioenergy* , Volume 25, p. 319–327.
- Prasetyoko, D. (2001). Pengoptimuman Sintesis Zeolit Beta dari pada Silika abu sekam padi Pencirian dan Tindak Balas Pemangkinan Friedel Crafts. *Universiti Teknologi Malaysia*.
- Purwana, S. A. B., Purwaningsih, H. & Pratiwi, V. M., 2017. Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Pembentukan Nanopartikel Silika Mesopori Berbahan Dasar Sekam Padi , Surabaya: ITS
- Renuka, N., Praveen, A., & Anas, K. (2013). Influence of CTAB molar ratio in tuning the texture of rice husk silica into MCM 41 and SBA-16. *Materials Letters*, 70-73.

- Retnosari, A. (2013). Ekstraksi Dan Penentuan Kadar Silika (SiO_2) Hasil Ekstraksi Dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara . Jember: Universitas Jember .
- Rosalia, R. (2015). Preparasi Dan Karakterisasi Keramik Silika (SiO_2) Sekam Padi Dengan Suhu Kalsinasi 800 oC - 1000oC. Lampung: Universitas Lampung.
- Sankar, S., Sharma, S., Kaur, N., Lee, B., Kim, D., Lee, S., & Jung, H. (2016). Biogenerated silica nanoparticles synthesized from sticky, red, and brown rice husk ashes by a chemical method. *Ceram Int*; 42, 4875–4885.
- Shen, Y. (2017). Rice husk silica derived nanomaterials for sustainable applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 453-466.
- Smallman, R. E., & Ngan, A. H. (2007). *Physical Metallurgy and Advanced Materials* Seventh edition. Burlington: Elsevier Ltd.
- Soltani, N., Bahrami, A., Pech-Canul, M., & Gonzalez, L. (2015). Review on the physicochemical treatments of rice husk for productionof advanced materials. *Chem Eng J*;264, 899–935.
- Siburian, M. B., Dra. Saur Lumbanraja, M. & Dr. Hamonangan Nainggolan, M., 2015. *Sintesis Dan Karakterisasi Mesopori Silika Dari Sekam Padi Dengan Metode Kalsinasi*, Medan: Universitas Sumatera Utara
- Sulastri, S., & Kristianingrum, S. (2010). Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi Dan Pemanfaatan . *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA* (pp. 211-216). Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.

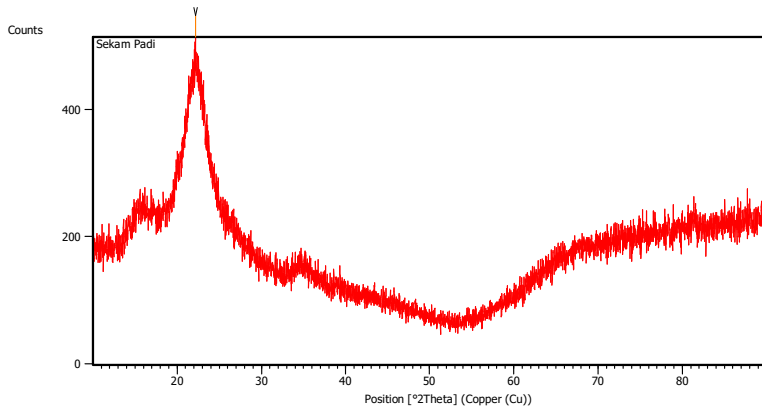
- Vazquez, N. I., Gonzalez, Z., Ferrari, B., & Castro, Y. (2017). Synthesis of mesoporous silica nanoparticles by sol–gel as nanocontainer for future drug delivery applications. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 139-145.
- Wang, W., Martin, J., Fan, X., A. H., Z. L., & Sun, L. (2012). Silica nanoparticles and frameworks from rice husk biomass. *ACS Appl Mater Interfaces* 4, 977–981.
- Wanyika, H. et al., 2011. Synthesis and characterization of ordered mesoporous silica nanoparticles with tunable physical properties by varying molar composition of reagents. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology* , 5(21), pp. 2402-2410
- Wen, Q. C., Feng, Y. L., Wen, S. X., Xi, Q. P., Ben, H. C., & Zoub, S. (1999). The preparation of highly ordered MCM-41 with extremely low surfactant concentration. *Microporous and Mesoporous Materials*, 1-15.
- Widwastuti, H., Mulyasuryani, A., dan Sabarudin, A. (2013). Extraction of Pb+2 Using Silica From Rice Husk Ash (RHA) – Chitosan As Solid Phase. *J. Pure App. Chem. Res.* 2(1): 42.
- Yun-yu, Z., Xiao-xuan, L., & Zheng-xing, C. (2012). Rapid synthesis of well-ordered mesoporous silica from sodium silicate. *Powder Technology* 226, 239–245.
- Zhao, D., Wan, Y., & Zhou, W. (2013). *Ordered Mesoporous Materials*. Singapore: Markono Print Media Pte Ltd.
- Zhao, Y., Zhang, Y., Wang, Y., Zhang, J., Xu, Y., Wang, S., & Ma, X. (2017). Structure evolution of mesoporous silica supported copper catalyst for dimethyl oxalate hydrogenation . *Applied Catalysis A, General*, 59-69.

(Halaman sengaja dikosongkan)

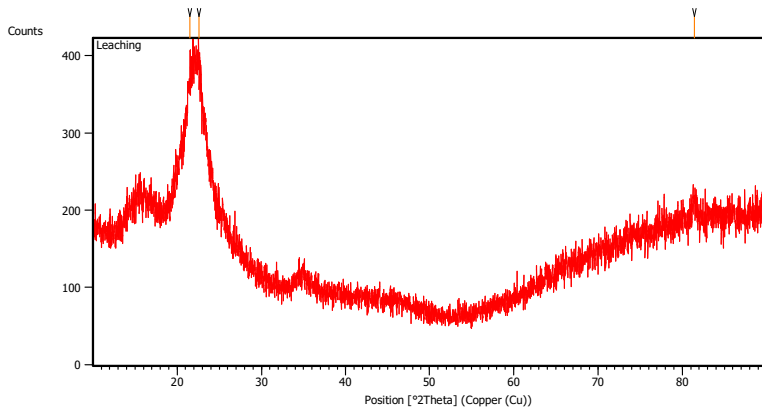
Lampiran

Difraktogram XRD

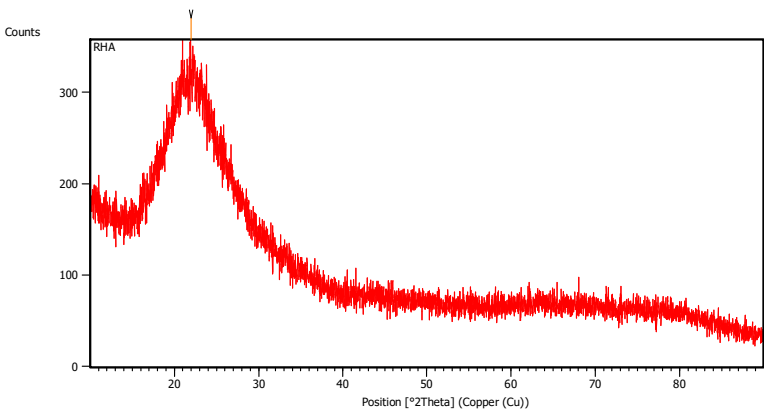
1. Sekam padi



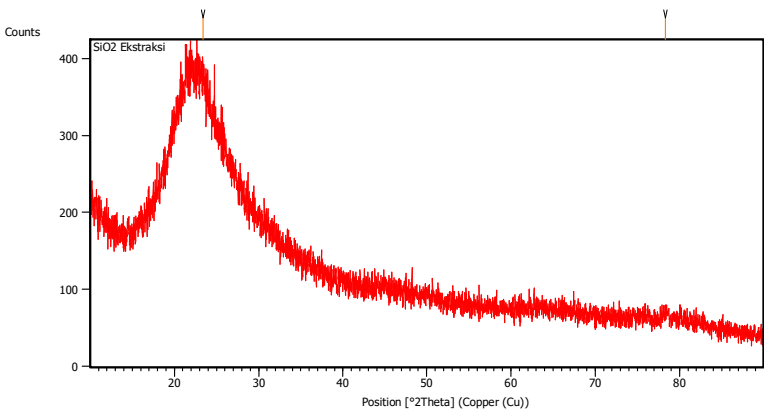
2. Sekam padi yang di leaching



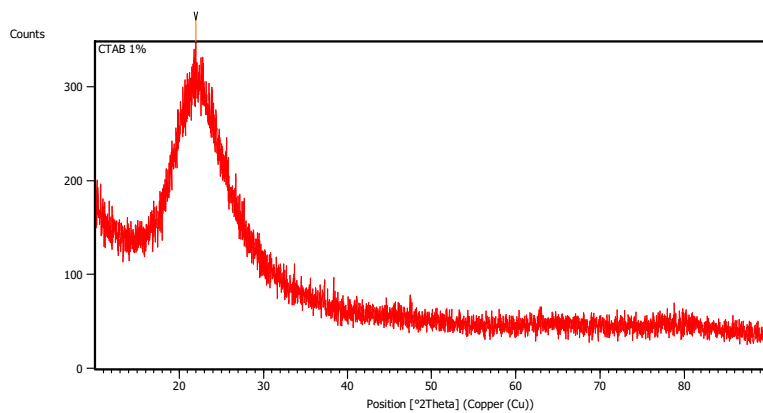
3. RHA



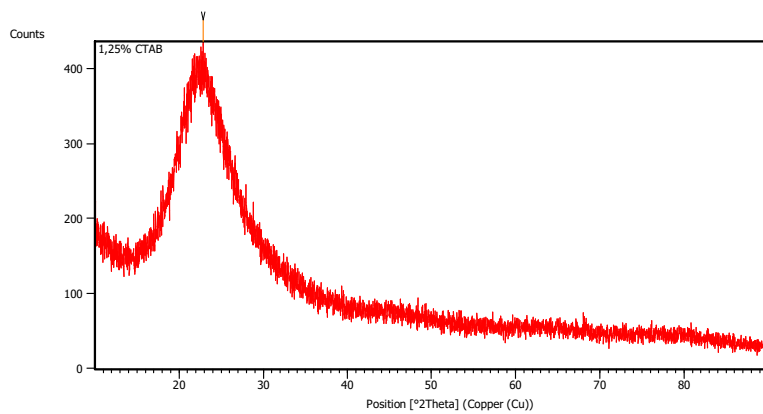
4. silika hasil ekstraksi



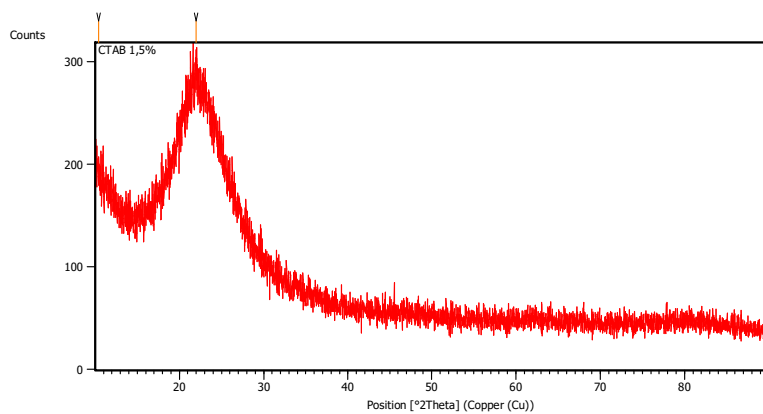
5. 1% CTAB



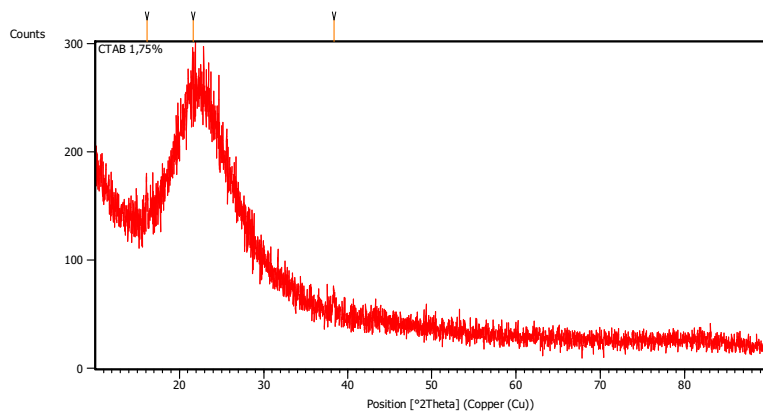
6. 1.25% CTAB



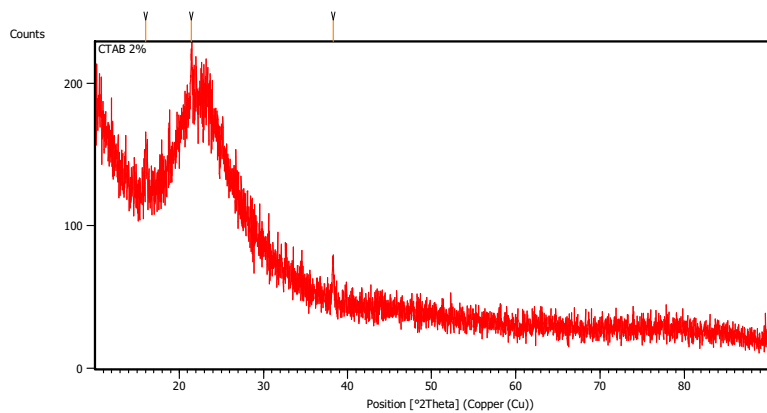
7. 1.5% CTAB



8. 1.75% CTAB

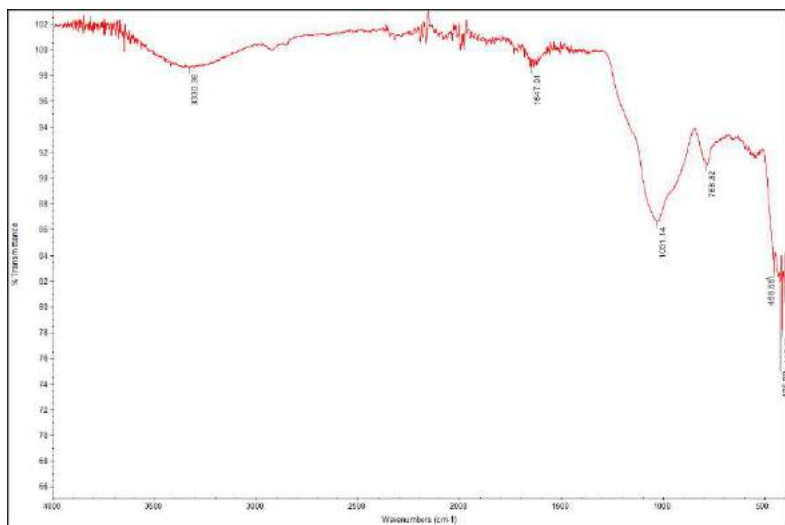


9. 2% CTAB

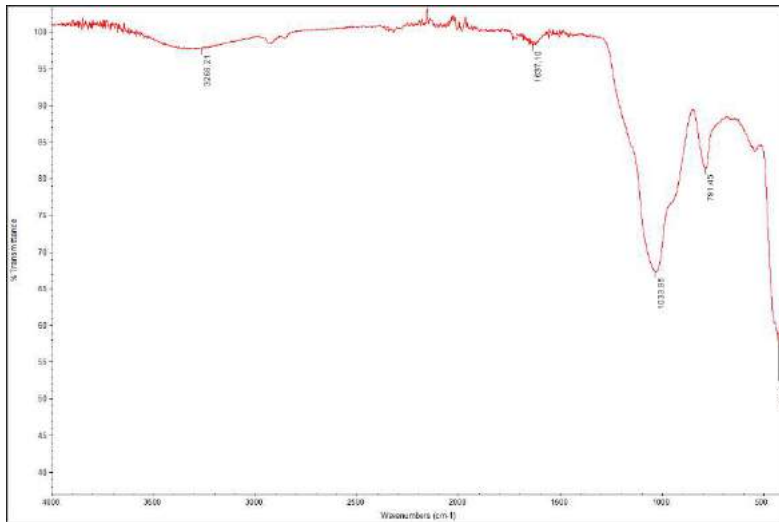


SPECTRA FTIR

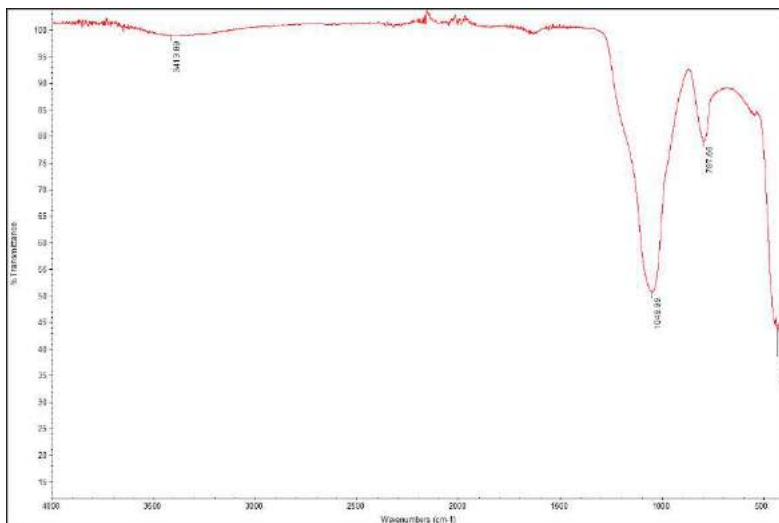
1. Sekam padi



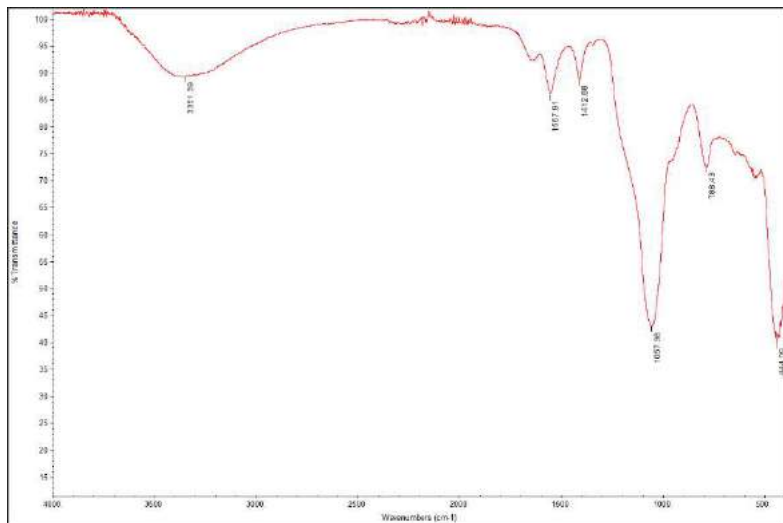
2. sekam padi yang di leaching



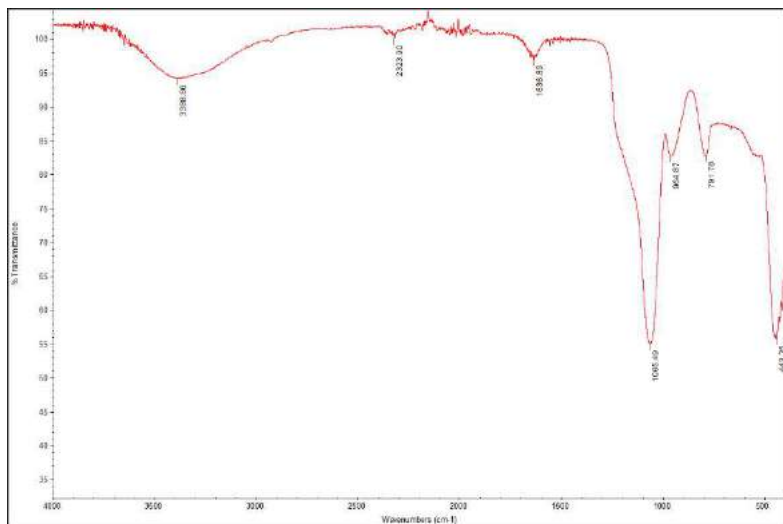
3. RHA



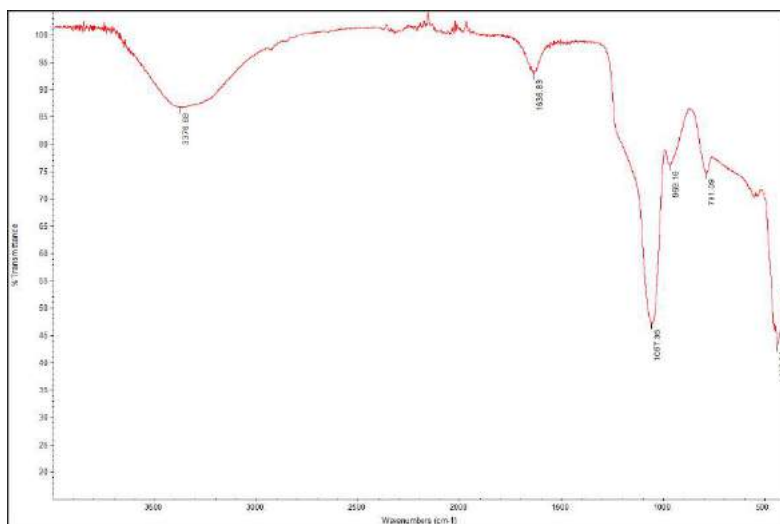
4. Silika ekstraksi



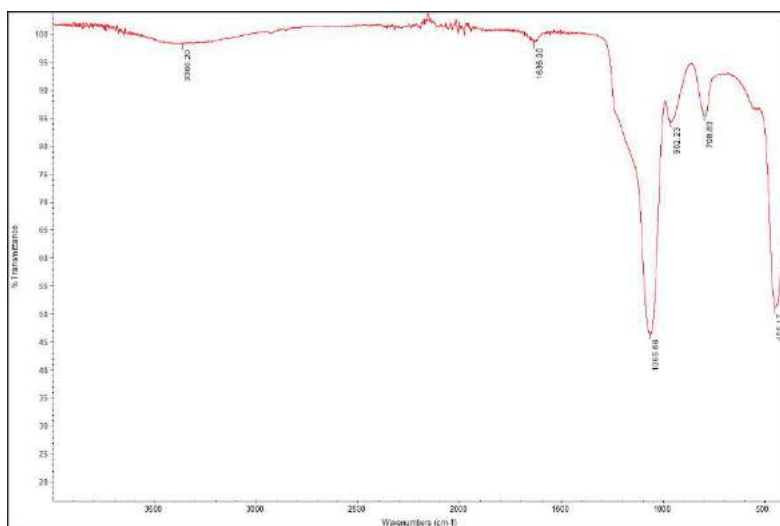
5. 1% CTAB



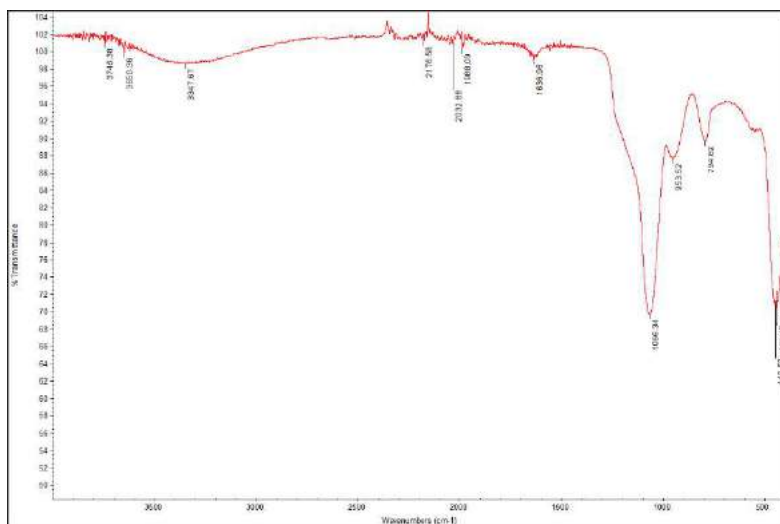
6. 1.25% CTAB



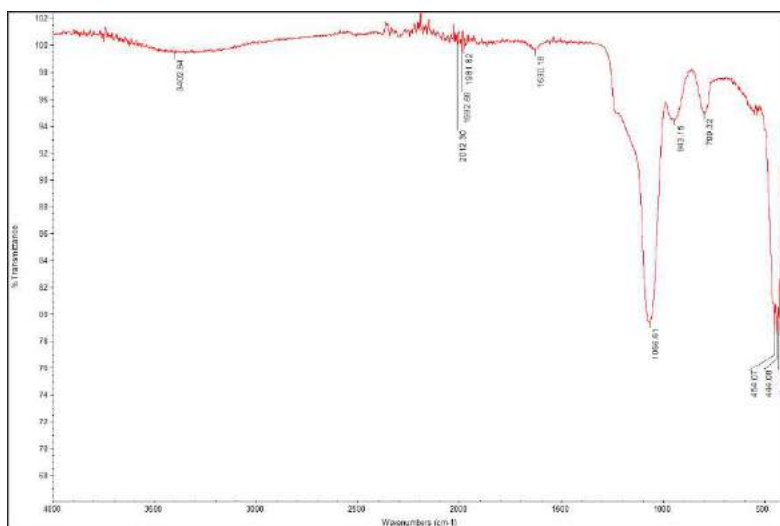
7. 1.5% CTAB



8. 1.75% CTAB



9. 2% CTAB



Nitrogen Adsorption-desorption Isotherms

1. 1% CTAB

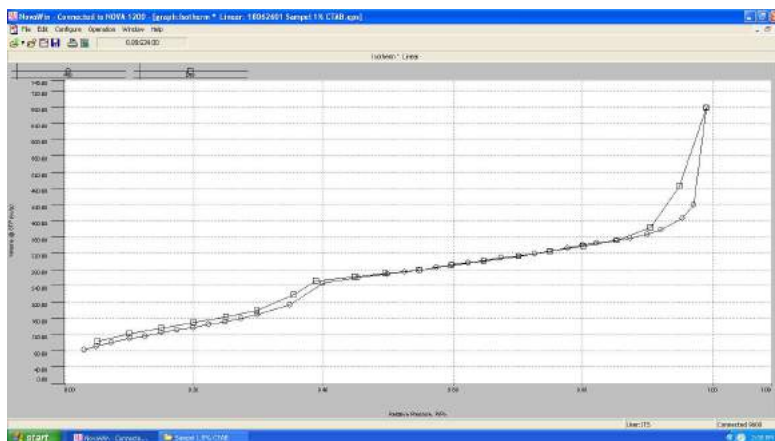
Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2018/06/27	Operator: ITS	Date: 7/2/2018
Sample ID: Yohan Ervianto	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18062601 Sample 1% CTAB.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 26 Jun 2018		
Sample weight: 0.0127 g	Sample Volume: 0.6783 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 298.5 min	End of run: 2018/06/27 4:46:41	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 19			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	$1 / [W((P_0/P) - 1)]$
P/P ₀	cc/g	
1.01359e-01	109.8109	8.2183e-01
1.49434e-01	123.8456	1.1350e+00
1.98917e-01	137.6655	1.4432e+00
2.48469e-01	151.8103	1.7425e+00
2.97869e-01	168.4331	2.0153e+00

BET summary

Slope =	6.085
Intercept =	2.195e-01
Correlation coefficient, r =	0.999539
C constant =	28.725
Surface Area =	552.429 m²/g



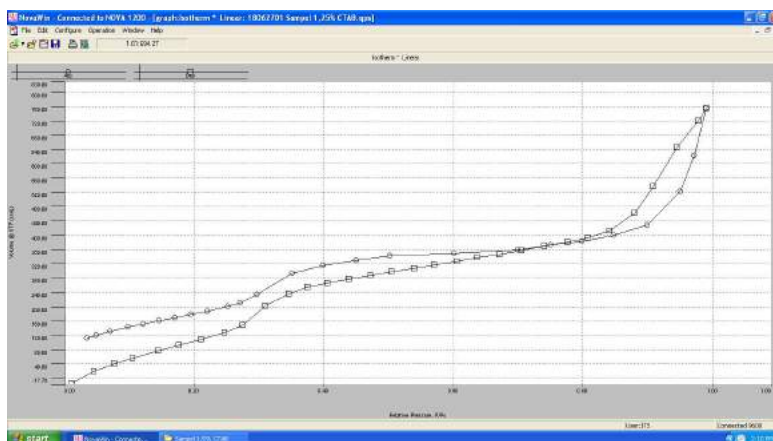
2. 1.25% CTAB

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2018/06/28	Operator: ITS	Date: 7/2/2018
Sample ID: Yohan Ervianto	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18062701_Sampel 1, 25% CTAB.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 26 Juni 2018		
Sample weight: 0.0146 g	Sample Volume: 0.69738 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil time out: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 399.9 min	End of run: 2018/06/28 23:20:10	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 9			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W(Po/P) - 1]
P/Po	cc/g	
9.84710e-02	142.6820	6.1251e-01
1.46603e-01	160.7441	8.5508e-01
1.95856e-01	178.5093	1.0917e+00
2.52700e-01	200.3843	1.3502e+00
2.96866e-01	233.3977	1.4474e+00

BET summary
Slope = 4.312
Intercept = 2.172e-01
Correlation coefficient, r = 0.993520
C constant = 20.850
Surface Area = 768.947 m²/g



3. 1.5% CTAB

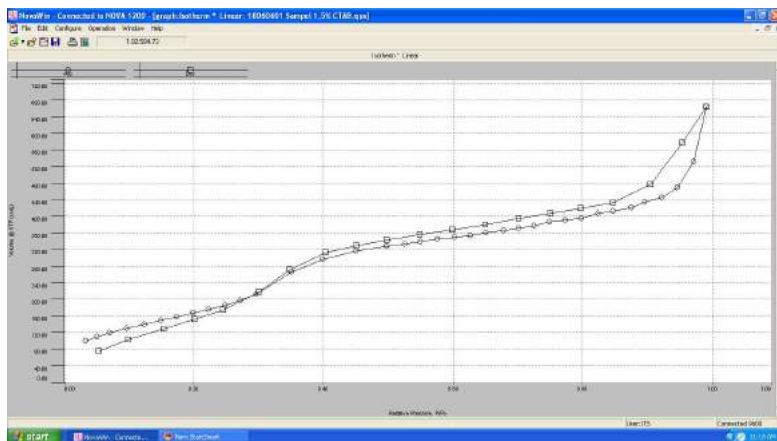
Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2018/06/06	Operator: ITS	Date: 6/6/2018
Sample ID: Yohan Ervianto	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18060601 Sample 1.5% CTAB.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 6 Jun1 2018		
Sample weight: 0.00978 g	Sample Volume: 0.207435 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 287.9 min	End of run: 2018/06/06 7:45:18	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 9			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [N((P ₀ /P) - 1)]
P/P ₀	cc/g	
9.68060e-02	129.9671	6.5984e-01
1.48820e-01	148.5401	9.4177e-01
1.98610e-01	166.4707	1.1912e+00
2.48504e-01	184.7392	1.4322e+00
2.95568e-01	212.1342	1.5826e+00

BET summary

Slope =	4.705
Intercept =	2.316e-01
Correlation coefficient, r =	0.996338
C constant =	21.316
Surface Area =	705.501 m²/g



4. 1.75% CTAB

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

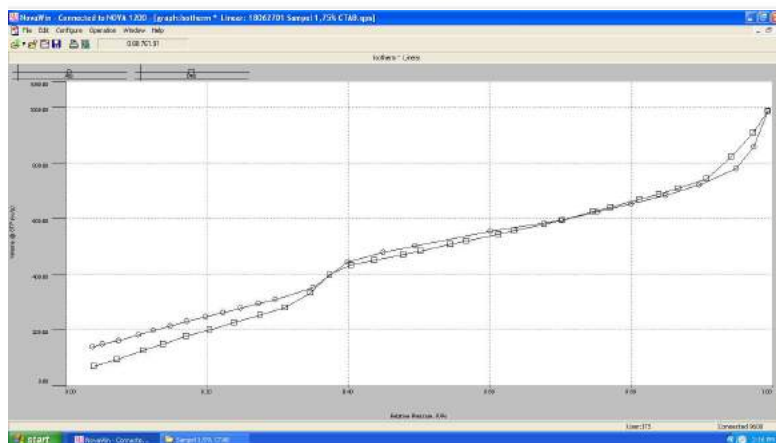
*** The data this report is based upon is incomplete (analysis unfinished) ***

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2018/06/28	Operator: ITS	Date: 7/2/2018
Sample ID: Yohan Ervianto	Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18062701 Sampel 1,75% CTAB.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 27 Juni 2018		
Sample weight: 0.00596 g	Sample Volume: 0.50601 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 255.7 min	End of run: 2018/06/28 3:51:49	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 35			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P ₀ /P) - 1)]
P/P ₀	cc/g	
1.03681e-01	179.8647	5.1457e-01
1.48737e-01	212.8931	6.5667e-01
1.98245e-01	244.5670	8.0893e-01
2.48467e-01	275.8460	9.5897e-01
2.97912e-01	306.4626	1.1078e+00

BET summary

Slope -	3.049
Intercept -	2.014e-01
Correlation coefficient, r -	0.999944
C constant -	16.140
Surface Area =	1071.401 m²/g



5. 1.75%CTAB

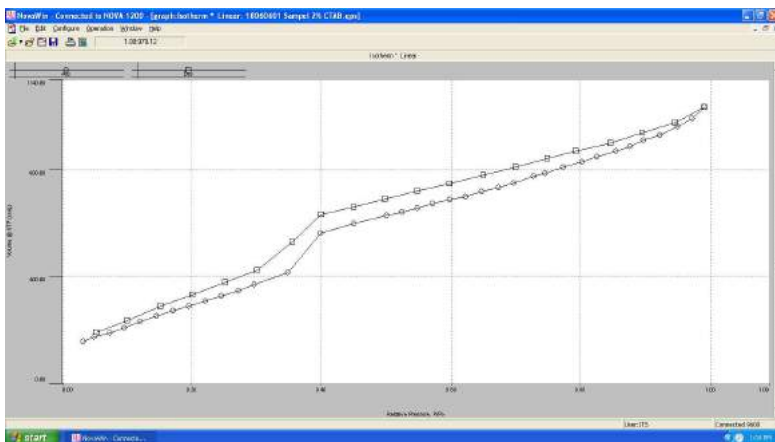
Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2007, Quantachrome Instruments
version 10.01

Analysis		Report	
Operator: ITS	Date: 2018/06/07	Operator: ITS	Date: 6/8/2018
Sample ID: Yohan Ervianto	Filename: C:\QC\data\Physisorb\2018\18060601 Sample 2% CTAB.qps		
Sample Desc: Serbuk	Comment: 6 Juni 2018		
Sample weight: 0.00656 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 266.7 min	End of run: 2018/06/07 20:54:43	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 35			
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K		
Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc	

Relative Pressure	Volume @ STP	1 / [W((P ₀ /P) - 1)]
P/P ₀	cc/g	
9.52430e-02	207.4502	4.0601e-01
1.45961e-01	250.8347	5.4516e-01
1.96074e-01	289.0677	6.7508e-01
2.46270e-01	328.2391	7.9644e-01
2.96105e-01	368.3186	9.1383e-01

BET summary

Slope -	2.524
Intercept -	1.728e-01
Correlation coefficient, r -	0.999483
C constant -	15.604
Surface Area =	1291.436 m²/g



PDF Card ICDD #00-003-0226

Name and formula

Reference code:	00-003-0226
Compound name:	Cellulose
PDF index name:	Cellulose
Chemical formula:	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _x

Crystallographic parameters

Crystal system:	Monoclinic
a (Å):	7,8700
b (Å):	10,3100
c (Å):	10,1300
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	122,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	697,05
RIR:	-

Subfiles and quality

Subfiles:	Common Phase Educational pattern Organic Polymer
Quality:	Blank (B)

Comments

Creation Date: 01/01/1970
Modification Date: 01/01/1970
Comment: Form III.

References

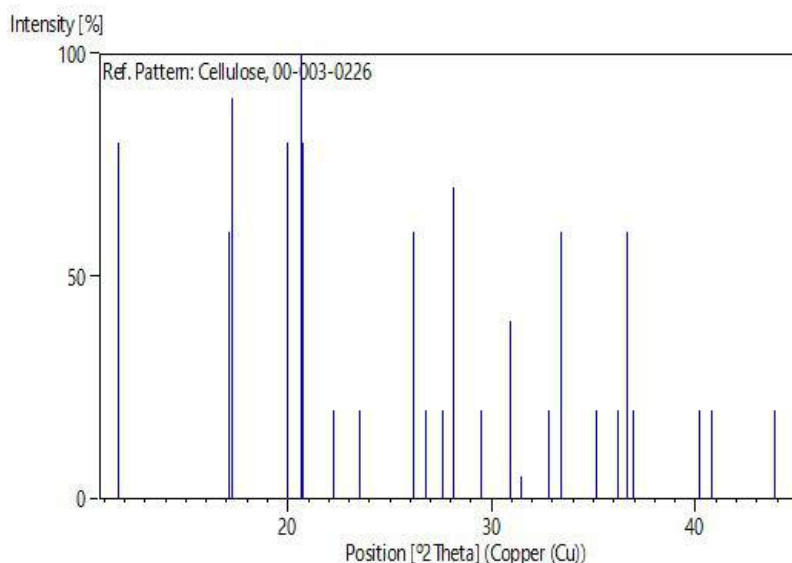
Primary reference: Barry et al., *J. Am. Chem. Soc.*,
58, 333, (1936)
Unit cell: Barry, Peterson, King., *J. Am.*
Chem. Soc., **58**, 333, (1936)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I
[%]						
1	-1	0	1	7,55000	11,712	80,0
2	0	2	0	5,17000	17,137	60,0
3	-1	0	2	5,14000	17,238	90,0
4	0	2	1	4,43500	20,004	80,0
5	0	0	2	4,30000	20,639	100,0
6	1	0	1	4,28000	20,737	80,0
7	0	1	2	3,99000	22,263	20,0
8	-2	0	2	3,78000	23,517	20,0
9	0	3	0	3,40000	26,189	60,0
10	2	0	0	3,33000	26,750	20,0
11	0	3	1	3,23000	27,594	20,0
12	2	1	0	3,17000	28,127	70,0
13	-2	2	2	3,03000	29,455	20,0
14	0	0	3	2,89000	30,917	40,0
15	-1	3	2	2,84000	31,475	5,0
16	0	1	3	2,73000	32,778	20,0
17	1	3	1	2,68000	33,408	60,0
18	-2	3	2	2,55000	35,165	20,0
19	0	4	1	2,48000	36,191	20,0

20	-3	1	3	2,45000	36,650	60,0
21	-3	1	1	2,43000	36,963	20,0
22	1	0	3	2,24000	40,227	20,0
23	0	4	2	2,21000	40,798	20,0
24	0	5	0	2,06000	43,917	20,0

Stick Pattern



PDF Card ICDD # 00-001-0424

Name and formula

Reference code: 00-001-0424

Mineral name: Cristobalite

Compound name: Silicon Oxide

PDF index name: Silicon Oxide

Empirical formula:	O ₂ Si
Chemical formula:	SiO ₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fd-3m
Space group number:	227
a (Å):	7,1200
b (Å):	7,1200
c (Å):	7,1200
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	360,94
Z:	8,00
RIR:	-

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Inorganic Mineral Pharmaceutical
Quality:	Blank (B)

Comments

Color:	Colorless
--------	-----------

Creation Date: 01/01/1970
 Modification Date: 01/01/1970
 Deleted Or Rejected By: Nbs recommends delete this card (4-359)
 Melting Point: 1713
 Color: Colorless
 Optical Data: B=1.466. B.P. 2950. Stable over 275 C (high form). Devitrification of silica glass.

References

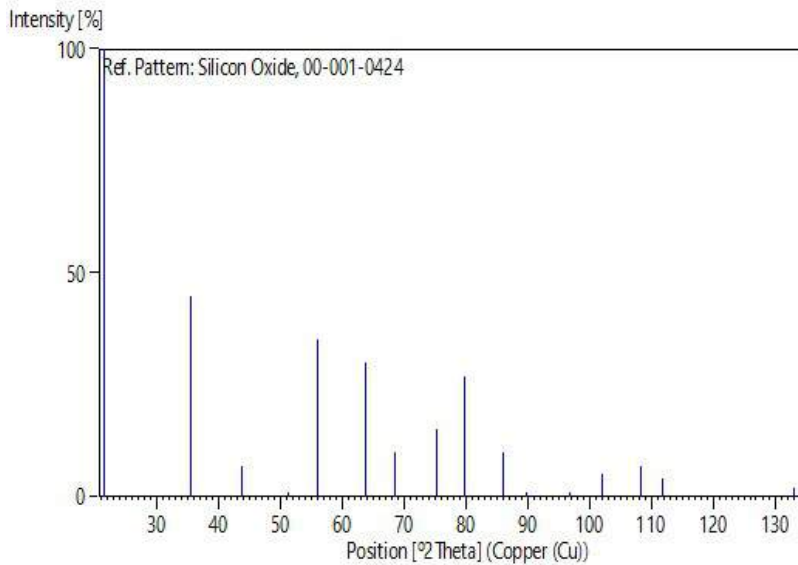
Primary reference: Wyckoff., *Am. J. Sci.*, **9**, 448, (1925)
 Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I
<u>[%]</u>						
1	1	1	1	4,14000	21,446	
100,0						
2	2	2	0	2,53000	35,452	
45,0						
3	2	2	2	2,07000	43,694	7,0
4	4	0	0	1,78000	51,285	1,0
5	3	3	1	1,64000	56,029	35,0
6	4	2	2	1,46000	63,687	30,0
7	5	1	1	1,37000	68,425	10,0
8	4	4	0	1,26000	75,374	15,0
9	5	3	1	1,20000	79,870	27,0
10	6	2	0	1,13000	85,950	10,0
11	5	3	3	1,09000	89,934	1,0

12	4	4	4	1,03000	96,811	1,0
13	7	1	1	0,99000	102,170	5,0
14	6	4	2	0,95000	108,357	7,0
15	7	3	1	0,93000	111,845	4,0
16	8	2	2	0,84000	132,990	2,0

Stick Pattern



BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Yohan Ervianto. Dilahirkan di Blitar pada tanggal 15 Oktober 1995 dari pasangan Pujiyanto dan Mujiatun. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara, Penulis pernah menempuh pendidikan formal di SDN Bendo 01, SMP Negeri 2 Srengat dan SMA Negeri Srengat. Penulis merupakan mahasiswa aktif Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun masuk 2014.

Selama menjalankan pendidikan di kampus ITS Surabaya, penulis berpartisipasi aktif dalam organisasi mahasiswa Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS (HMMT FTI-ITS) sebagai Staf BSO MTC FTI-ITS. Serta aktif dalam organisasi mahasiswa Lembaga Dakwah Jurusan Ash-Haabul Kahfi (LDJ Ash-Haabul Kahfi) sebagai staff badan khusus Dana Usaha dan Kepala Departemen AK-Preneur LDJ Ash-Haabul Kahfi.

Selama menjadi mahasiswa penulis juga aktif mengikuti beragam pelatihan dan kepanitiaan, seperti LKMM Tingkat pra Dasar, Pelatihan Jurnalistik Tingkat Dasar HMMT, Pelatihan Karya Tulis Ilmiah HMMT, Pelatihan kewirausahaan HMMT, serta pelatihan spiritual LDJ Ash-Haabul Kahfi 1 dan pelatihan spiritual LDJ Ash-Haabul Kahfi 2.

Tak hanya di bidang keorganisasian, penulis juga pernah mengasah kemampuan di bidang akademik dengan menjadi Grader Perlakuan Panas (2018). Selain itu penulis berpartisipasi dalam karya tulis ilmiah, Juara 2 LKTI IPB, Finalis LKTI UPI. Penulis pernah berpartisipasi dalam lomba BLADE SMITHING di San Diego, California.

Semasa kuliah penulis juga melakukan kegiatan Kerja Praktik di PT. Industri Kereta Api (PT. INKA), Madiun, Jawa

Timur. Hingga pada akhirnya, kegiatan perkuliahan jenjang Strata-1 diakhiri dengan melakukan Tugas Akhir dalam bidang Material Inovatif, Material Keramik dan Gelas, dengan judul **“ANALISA PENGARUH KONSENTRASI CETYLTRIMETHYL AMMONIUM BROMIDE SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI “.**

E-mail: yohan.ervianto@gmail.com